



SKRIPSI – TK141581

**PEMANFAATAN *THERMOSENSITIVE*
NIPAM-*co*-DMAAPS GEL SEBAGAI
ALTERNATIF *REVERSIBLE* ION LOGAM
BERAT**

Oleh :

RENNA FEBRYANITA

NRP. 2314106005

MUHAMMAD SA'I FIRDAUS

NRP. 2314106007

Dosen Pembimbing :

Dr. Eva Oktavia Ningrum, ST, MSc

NIP. 1984 10 23 2009 12 2009

Hikmatun Ni'mah, S.T., M.S., Ph.D

NIP. 1984 10 10 2009 12 2006

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



FINAL PROJECT – TK141581

**UTILIZATION OF THERMOSENSITIVE
NIPAM-*co*-DMAAPS GEL AS AN
ALTERNATIVE REVERSIBLE ADSORBENT
FOR SOLUTION CONTAINING HEAVY
METAL IONS**

**Written by :
RENNA FEBRYANITA
NRP. 2314106005**

**MUHAMMAD SA'I FIRDAUS
NRP. 2314106007**

**Advisor :
Dr. Eva Oktavia Ningrum, ST, MSc
NIP. 1984 10 23 2009 12 2009**

**Hikmatun Ni'mah, S.T., M.S., Ph.D
NIP. 1984 10 10 2009 12 2006**

**CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF
TECHNOLOGY
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN

Pemanfaatan *Thermosensitive* NIPAM-co-DMAAPS
Sebagai Alternatif *Reversible* Adsorben Ion Logam Berat

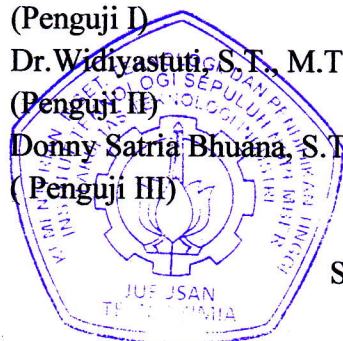
Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik pada Program Studi
S-1 Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi
Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh :

Renna Febryanita	2314 106 005
Muhammad Sa'i Firdaus	2314 106 007

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Dr.Eva Oktavia Ningrum, S.T., M.S
(Pembimbing I)
2. Hikmatun Ni'mah, S.T., M.S., Ph.D
(Pembimbing II)
3. Dr.Ir.Sumarno., M.Eng
(Penguji I)
4. Dr.Widiyastuti, S.T., M.T
(Penguji II)
5. Donny Satria Bhuana, S.T., M.Sc.Adv
(Penguji III)



.....
.....
.....
.....
.....
.....

Surabaya, 24 Januari 2017

PEMANFAATAN *THERMOSENSITIVE* NIPAM-co-DMAAPS GEL SEBAGAI ALTERNATIF *REVERSIBLE* ADSORBEN ION LOGAM BERAT.

Nama/NRP : 1. Renna Febryanita 2314 106 005

2. Muhammad Sa'i Firdaus 2314 106 007

Departemen : Teknik Kimia FTI – ITS

Dosen Pembimbing: 1. Dr. Eva Oktavia Ningrum, S.T., M.S

2. Hikmatun Ni'mah, S.T., M.S., Ph.D

ABSTRAK

Kopolimer gel yang terdiri dari *zwitterionic betaine* dan *thermosensitive* polimer akan dimanfaatkan sebagai adsorben yang memiliki sifat unggul dalam mengadsorb dan meregenerasi ion pada limbah logam berat. Dalam penelitian ini agen *thermosensitive* yang digunakan adalah *N-isopropylacrylamide* (NIPAM) dan agen pengadsorb ion *N,N'-dimethyl(acrylamidopropyl)ammonium propane sulfonate* (DMAAPS). Karena karakter NIPAM dapat bertransisi dari sifat hidrofilik ke hidrofobik dengan kenaikan suhu maka penelitian ini memiliki tujuan khusus pada pemanfaatan NIPAM-co-DMAAPS gel sebagai alternatif *reversible* adsorben ion logam berat. Selain itu kami juga akan mempelajari pengaruh konsentrasi monomer, pengaruh suhu dan pengaruh jenis ion terhadap properti *swelling*, adsorpsi, dan desorpsi dan ketiga hubungan dari properti tersebut. Larutan yang digunakan dalam uji properti *swelling*, adsorpsi, dan desorpsi yaitu $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan konsentrasi 10 mmil/L. Pada penelitian ini *thermosensitive* NIPAM-co-DMAAPS gel dipersiapkan melalui reaksi polimerisasi radikal bebas dengan menggunakan *N,N,N',N'-tetramethylethylenediamine* (TEMED) sebagai akselerator, *ammonium peroxodisulfate* (APS) sebagai inisiator, dan *N,N'*-

methylenebisacrylamide (MBAA) sebagai *cross-linker* dengan konsentrasi 10 mmol/L. NIPAM-co-DMAAPS disintesis dalam labu leher empat. Pertama-tama melarutkan NIPAM, DMAAPS, MBAA, dan TEMED ke dalam *destilled water* hingga volume mencapai 100 mL. Larutan di-*purging* untuk menghilangkan oksigen terlarut menggunakan gas N_2 , kemudian ditambahkan larutan APS sebanyak 20 mL yang telah di-*purging* sebelumnya disertai dengan pengadukan. Reaksi polimerisasi berlangsung selama 6 jam pada suhu 10 °C dengan mengalirkan gas N_2 . Silinder gel diperoleh dengan menggunakan *glass tube* dengan ukuran diameter 3 mm dan panjang 2 cm pada saat sintesis NIPAM-co-DMAAPS gel, akan digunakan pada uji *swelling*. Gel dengan ukuran $\geq 90 \mu m$ digunakan dalam uji adsorpsi, desorpsi, dan uji *reversibility*. Uji *swelling* dilakukan dengan mengukur diameter gel silinder sebelum dan setelah direndam dalam larutan nitrat selama 15 jam. Gel hasil uji adsorpsi, desorpsi dan *reversibility* dipisahkan dari larutannya untuk dianalisa menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS). Dari penelitian yang telah dilakukan didapatkan hasil nilai *swelling degree* dan adsorpsi yang semakin meningkat seiring menurunnya suhu pada perbandingan NIPAM : DMAAPS yaitu 9:1 dan 8:2. Semakin tinggi suhu, maka semakin sedikit ion yang teradsorpsi dan terdesorpsi. Nilai *swelling degree* dan adsorpsi tertinggi terjadi pada suhu 10 °C. Nilai adsorpsi dan desorpsi ion Zn^{2+} dan Pb^{2+} terkecil terjadi pada suhu 70 °C. Konsentrasi ion pada uji *reversibility* dengan perbandingan N:D 8:2 dalam larutan $(Zn(NO_3)_2)$ sebesar 0,0018 mmol/g-dry gel dan larutan $(Pb(NO_3)_2)$ sebesar 0,0675 mmol/g-dry gel.

Kata kunci : *swelling*, *thermosensitive*, adsorpsi, desorpsi

UTILIZATION OF THERMOSENSITIVE NIPAM-*co*-DMAAPS GEL AS AN ALTERNATIVE REVERSIBLE ADSORBENT FOR SOLUTION CONTAINING HEAVY METAL IONS

Nama/NRP : 1. Renna Febryanita 2314 106 005
2. Muhammad Sa'i Firdaus 2314 106 007
Departemen : Teknik Kimia FTI – ITS
Dosen Pembimbing: 1. Dr. Eva Oktavia Ningrum, S.T., M.S
2. Hikmatun Ni'mah, S.T., M.S., Ph.D

ABSTRACT

Copolymer gels consisting of *zwitterionic* betaine and thermosensitive polymer are employed as an adsorbent with unique properties for adsorption and desorption of heavy metal ions. In this study *N-isopropylacrylamide* (NIPAM) is used as thermosensitive agent and *N,N-dimethyl(acrylamidopropyl)ammonium propane sulfonate* (DMAAPS) as an adsorption agent. In this study, the utilization of NIPAM-*co*-DMAAPS become an promising method for heavy metal ions adsorption due to the special characteristic of NIPAM that available to change from hydrophilic to hydrophobic with increasing the temperature. In addition, in this study, the effect of monomer concentration, temperature, and ions on the swelling, adsorption, desorption properties, and their relationships will be investigated. $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ and $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ with concentration of 10 mmol/L are selected as the target solutions. Thermosensitive NIPAM-*co*-DMAAPS gels are prepared by free radical polymerization reaction of *N,N,N',N'-tetramethylethylenediamine* (TEMED) as a accelerators, *ammonium peroxodisulfate* (APS) as an initiator, and *N,N'-methylenebisacrylamide* (MBAA) as a cross-linker. NIPAM-*co*-DMAAPS gel is synthesized in separable flask. Firstly, NIPAM, DMAAPS, MBAA, and

TEMED are dissolved in distilled water up to 100 ml of solution. The solution is purged with N₂ gas to remove dissolved oxygen, then is added with 20 mL APS solution that has been purged previously. Polymerization reaction is carried out for 6 hours at 10 °C by keep flowing N₂ gas during the reaction. Cylindrical gel with the size of 3 mm are used for swelling degree test and crush gel with the size of ≥ 90 mesh are used for adsorption test. Swelling test is done by measuring the cylindrical gel diameter before and after immersion in the solutions for 15 hours. The concentrations of the solutions after adsorption are analyzed by *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS). From the research that has been carried out showed the value swelling degree and adsorption increases with decreasing temperature in comparison NIPAM: DMAAPS is 9: 1 and 8: 2. The higher the temperature, the less ions are adsorbed and desorbed. Value swelling highest degree and adsorption occurs at a temperature of 10 ° C. Values ion adsorption and desorption of Zn²⁺ and Pb²⁺ smallest occurs at a temperature of 70 °C. Ion concentration on reversibility test with a ratio N: D 8: 2 in the solution Zn(NO₃)₂ of 0.0018 mmol/g-dry gel and solution Pb(NO₃)₂ of 0.0675 mmol/g-dry gel.

Keywords: swelling, thermosensitive, adsorption, desorption

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah puji syukur penyusun panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penyusun dapat menyelesaikan laporan skripsi yang berjudul **“Pemanfaatan *thermosensitive* NIPAM-co-DMAAPS gel sebagai alternatif *reversible* adsorben ion logam berat”**

Laporan skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan studi program S-1 di Jurusan Teknik Kimia, FTI - ITS.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan laporan skripsi ini dapat selesai atas bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini kami ingin mengucapkan kasih kepada :

1. Orang tua dan seluruh keluarga yang telah memberikan doa dan dukungan kepada penyusun.
2. Bapak Juwari, S.T., M.Eng., Ph.D, selaku Kepala Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS.
3. Bapak Dr.Ir.Sumarno.,M.Eng, selaku Kepala Laboratorium Teknologi Material.
4. Ibu Dr. Eva Oktavia Ningrum, ST, MS dan Ibu Hikmatun Ni'mah, ST, MS, PhD selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan saran dan masukan.
5. Ibu Dr. Lailatul Qadariah, S.T., M.T, selaku koordinator Tugas Akhir dan Skripsi Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS.
6. Bapak dan Ibu Dosen Pengajar serta seluruh karyawan Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS.
7. Teman-teman di Laboratorium Teknologi Material, serta para teman-teman LJ Genap 2014 yang telah memberikan saran dan motivasi.
8. Seluruh pihak yang tidak dapat penyusun sebutkan satu per satu, yang turut membantu penyusun.

Penyusun menyadari bahwa laporan ini masih berada jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, penyusun mengharapkan

adanya kritik dan saran yang bersifat konstruktif dari semua pihak bagi kesempurnaan laporan ini.

Surabaya, 24 Januari 2017

Penyusun

DAFTAR ISI

COVER	
LEMBAR PENGESAHAN	
ABSTRAK	i
ABSTRACT	iii
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xi
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1.Latar Belakang	1
I.2.Rumusan Masalah	4
I.3.Tujuan Penelitian	5
I.4.Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
II.1 Gel	7
II.2 Sifat Zwitter Betaine Gel	14
II.3 <i>Polyzwitterionic</i>	15
II.4 Perilaku <i>Swelling</i> dari Betaine Gel	20
II.5 Sifat Adsorpsi Ion Betaine Gel	21
II.6 <i>Volume Phase Transition</i>	22
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	25
III.1. Bahan yang Digunakan	27
III.2. Peralatan Penelitian	28
III.3. Prosedur Penelitian	31
III.4. Variabel Penelitian	34
III.5. Karakterisasi Hasil Penelitian	35
III.6. Blok Diagram Penelitian	38
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	47
IV.1. Analisa <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR)	49

IV.2. Analisa <i>Atomic Absorption Spectroscopy</i> (AAS)	53
IV.3. <i>Swelling Degree</i> NIPAM-co-DMAAPS Gel.....	54
IV.3.1 Pengaruh Waktu Terhadap <i>Swelling Degree</i>	54
IV.4. Uji Adsorpsi/Desorpsi NIPAM-co-DMAAPS Gel.....	55
IV.5. Hubungan <i>Swelling Degree</i> dan Adsorpsi Kopolimer Gel pada Berbagai Suhu.....	60
IV.6 Pengaruh Konsentrasi NIPAM Terhadap <i>Swelling Degree</i> dan Adsorpsi Kopolimer Gel	64
IV.7 Pengaruh Ion Terhadap <i>Swelling Degree</i> dan Adsorpsi.....	66
IV.8 Pengaruh Suhu Terhadap Jumlah Ion yang Terdesorp pada Kopolimer Gel.....	67
IV.9 Pengaruh <i>Reversibility</i> Terhadap Konsentrasi Ion.....	70
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	73
V.1.Kesimpulan.....	73
V.2.Saran.....	73
DAFTAR PUSTAKA	xii
APPENDIKS	

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1.1	Skematik gel dalam dua fase yaitu fase <i>collapsed</i> dan <i>swollen</i>	7
Gambar II.1.2	Volume Phase Transition (VPT) dari gel pada berbagai macam stimulus	8
Gambar II.1.3	Polimerisasi gel	10
Gambar II.1.4	Tekanan osmotik pada gel.....	12
Gambar II.1.5	<i>Degree of Swelling</i> dalam campuran air dan DMSO	12
Gambar II.1.6	<i>Degree of Swelling</i> dalam campuran air.....	12
Gambar II.3.1	Interaksi (a) Intra-grup,(b)intra-chain dan (c)inter-chain pada polybetainei.....	16
Gambar II.3.2	Struktur kimia dari <i>N,N-dimethyl(acrylamidopropyl)ammonium propane sulfonate</i> (DMAAPS)	17
Gambar II.3.3	Struktur kimia <i>lauroyl amino propyl dimethyl carbobetaine</i>	18
Gambar II.3.4	Struktur kimia dari 2-methacryloyloxyethyl phosphorylcholine (MPC)	19
Gambar II.6.1	Diagram fase yang menunjukkan area konsentrasi aseton dan <i>relative length increase</i>	22
Gambar III.2.1	Pemurnian DMAAPA	28
Gambar III.2.2	Tahapan proses pembuatan monomer DMAAPS	29
Gambar III.2.3	Sketsa pembuatan kopolimer gel NIPAM-co-DMAAPS	30
Gambar III.2.4	Peralatan <i>jar test</i>	31
Gambar IV.1.1	Spektrum infra merah.....	50
Gambar IV.1.2	Reaksi pembentukan NIPAM-co-DMAAPS gel..	52
Gambar IV.3.1	Pengaruh waktu terhadap <i>swelling degree</i>	54
Gambar IV.4.1	Pengaruh waktu terhadap adsorpsi kopolimer gel	56
Gambar IV.5.1	Hubungan <i>swelling degree</i> dan adsorpsi kopolimer gel	60

Gambar IV.6.1	Pengaruh konsentrasi NIPAM terhadap <i>swelling degree</i> dan adsorpsi kopolimer gel.....	64
Gambar IV.7.1	Pengaruh ion terhadap <i>swelling degree</i> dan adsorpsi kopolimer gel	66
Gambar IV.8.1	Pengaruh suhu terhadap desorpsi ion dalam NIPAM-co-DMAAPS gel	67
Gambar IV.9.1	Pengaruh <i>Reversibility</i> terhadap jumlah ion yang terdesorp pada kopolimer gel.....	70

DAFTAR TABEL

Tabel III.1	Kondisi sintesa kopolimer gel26
Tabel IV.1	Perhitungan % adsorpsi pada konsentrasi monomer 9:1 dengan konsentrasi larutan nitrat sebesar 10 mmol/L dalam berbagai suhu.....57
Tabel IV.2	Perhitungan % adsorpsi pada konsentrasi monomer 8:2 dengan konsentrasi larutan nitrat sebesar 10 mmol/L dalam berbagai suhu.....58
Tabel IV.3	Perhitungan % adsorpsi pada konsentrasi monomer 7:3 dengan konsentrasi larutan nitrat sebesar 10 mmol/L dalam berbagai suhu.....58
Tabel IV.4	Perhitungan % desorpsi pada konsentrasi monomer 8:2 dengan konsentrasi larutan nitrat sebesar 10 mmol/L dalam berbagai suhu.....68

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri yang pesat menjadi salah satu penyebab meningkatnya konsentrasi logam di lingkungan. Hal ini mengkhawatirkan karena logam berat bersifat tidak terurai dan persisten. Keberadaan logam-logam berat khususnya dalam limbah berupa cairan, merupakan masalah yang harus mendapat perhatian serius, mengingat dalam konsentrasi tertentu dapat memberikan efek toksik dan berbahaya, baik dalam ekosistem perairan maupun kehidupan manusia sekitarnya. Dewasa ini banyak teknologi yang dikembangkan untuk menurunkan kadar logam berat limbah cair industri. Metode konvensional yang umum digunakan dalam pemisahan logam berat limbah cair industri yaitu presipitasi dan netralisasi (Rubio dkk, 2002). Namun metode ini menghasilkan limbah sekunder berupa *sludge* dengan konsentrasi ion logam berat yang tinggi. Selain metode diatas, metode alternatif telah dikembangkan antara lain *Reverse Osmosis* (RO), *Nano Filtration* (NF) yang menggunakan membran sebagai media pemisahan logam berat dengan limbah cair namun kekurangan dari metode ini memerlukan biaya operasional yang tinggi. Penggunaan adsorben yang mengandung ligan seperti *ion-exchange* grup atau *chelating agent* memiliki kelemahan pada saat proses regenerasi resin kation maupun anion karena memerlukan asam kuat dan basa kuat. Proses ini jika tidak ditangani dengan baik akan menimbulkan pencemaran lingkungan akibat *secondary waste* berupa asam/basa kuat tersebut (Qdais, 2004). Oleh karena itu, metode adsorpsi dengan menggunakan *thermosensitive* gel khususnya *zwitterionic betaine* lebih menjanjikan dalam mengatasi permasalahan diatas karena menunjukkan selektivitas ion akibat interaksi antara ion dan

muatan positif dan negatif yang terletak di perulangan unit yang sama pada *sulfobetaine* (Neagu, 2010). *Zwitterionic betaine* mampu mengikat secara simultan baik anion maupun kation pada limbah cairan (*simultaneous adsorption*) (yang dilaporkan oleh Ningrum, pada 2014).

Zwitterionic betaine polimer pada umumnya *thermosensitive* di dalam larutan *aqueous*, tidak larut di dalam air di bawah suhu *Upper Critical Solution Temperature* (UCST), namun larut di atas suhu UCST. Pada suhu di bawah UCST, *zwitterionic* polimer berada dalam kondisi *collapse coil* karena adanya interaksi *intra-* dan/atau *inter-chain*. Namun, pada suhu di atas UCST energi termal dapat mengatasi hambatan dari interaksi *intra-* dan/atau *inter-chain* (Salamone dkk, 1978). UCST *zwitterionic* polimer naik seiring dengan kenaikan konsentrasi polimer tersebut. Hal ini diakibatkan adanya peningkatan interaksi *intra-* dan/atau *inter-chain* sehingga kenaikan energi termal juga diperlukan untuk mengatasi interaksi tersebut (Takahashi dkk, 2011). Interaksi antara grup yang bermuatan pada *zwitterionic betaine* dengan larutan *aqueous* juga menentukan properti dari *zwitterionic betaine* (Kudaibergenov dkk, 2006) *Poly(N-isopropylacrylamide)* [poly(NIPAM)] adalah salah satu contoh *thermosensitive* polimer dengan suhu *Low Critical Solution Temperature* (LCST) sekitar 32 °C (Hirokawa dkk, 1984). NIPAM mengalami *swelling* pada suhu rendah dan *shrinking* pada suhu tinggi karena transisinya dari sifat hidrofilik ke hidrofobik dan memiliki muatan netral (Li dkk, 1989).

Teknik kopolimerisasi *thermosensitive* polimer dengan menggunakan *zwitterionic* telah banyak digunakan sebagai alternatif untuk berbagai macam aplikasi seperti biosensor, katalisator, sistem *drug delivery*, dan media separasi (Liu dkk, 2010). Penggunaan polimer *hybrid zwitterionik* berdasarkan reaksi *ring-opening* polimerisasi dari asam *pyromellitic dianhydride* (PMDA) dan proses sol-gel untuk menghilangkan Pb^{2+} dari

larutan campuran $\text{Pb}^{2+}/\text{Cu}^{2+}$ yang diteliti oleh (Liu dkk, 2005).

Terdapat tiga jenis *zwitterionic* polimer yaitu *sulfobetaine*, *phosphobetaine* dan *carboxybetaine* yang terdiri dari *sulfonate*, *phosphate* dan *carboxylate* sebagai grup anionik dan *quaternary ammonium* sebagai grup kationik (Kudaibergenov, 2006). *N,N'*-dimethyl(acrylamidopropyl)ammonium propane sulfonate (DMAAPS) merupakan salah satu contoh dari *zwitterionic sulfobetaine* polimer.

Ningrum dkk (2014) melakukan penelitian tentang hubungan antara properti adsorpsi ion dan *swelling* pada *sulfobetaine* gel. Pada konsentrasi polimer dalam gel lebih tinggi dari 180 g/l gel pada *swelling degree* yang rendah jumlah ion Zn^{2+} yang teradsorpsi tidak mengalami perubahan. Sebaliknya, apabila konsentrasi polimer dalam gel kurang 180 g/l pada *swelling degree* yang tinggi jumlah ion Zn^{2+} yang teradsorpsi menurun. Namun pada gel yang memiliki *swelling degree* yang sama, jumlah ion Zn^{2+} yang teradsorpsi akan meningkat seiring kenaikan konsentrasi dari larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$. Amaral dan Ratnasari (2015) melakukan penelitian mengenai pengaruh perubahan suhu terhadap properti adsorpsi, dan desorpsi anion dan kation pada *thermosensitive* NIPAM-co-DMAAPS gel. Penelitian ini menggunakan perbandingan konsentrasi monomer NIPAM:DMAAPS yaitu 1:9 dengan variasi suhu saat adsorpsi dan desorpsi yaitu 10 °C, 30 °C, 50 °C. Adsorpsi dan desorpsi dari kopolimer gel pada penelitian ini dipelajari dengan menggunakan larutan NaNO_3 . Dari hasil penelitian didapatkan bahwa daya adsorpsi kopolimer gel meningkat mencapai sepuluh kali lipat dibandingkan dengan daya adsorpsi dari DMAAPS gel. Hal ini dikarenakan melemahnya ikatan *intra-chain* akibat semakin jauhnya jarak antara *repeating unit* dengan adanya NIPAM. Sementara pada DMAAPS gel lebih cenderung membentuk ikatan baik *inter-*, *intra-chain* maupun *intra-group* yang lebih kuat. Sehingga pada kopolimer gel lebih mudah membentuk

interaksi antara ion-ion Na^+ dan NO_3^- pada larutan NaNO_3 dengan *charged group sulfobetaine* (N^+ dan SO_3^-) daripada DMAAPS gel. Hal ini menyebabkan kemampuan adsorpsi kopolimer gel dengan ion Na^+ dan NO_3^- dalam larutan NaNO_3 lebih besar dibandingkan dengan DMAAPS gel. Pada penelitian ini juga didapatkan bahwa kemampuan adsorpsi NIPAM-*co*-DMAAPS gel mengalami penurunan seiring dengan kenaikan suhu.

Dewitasari dan Mulyadi (2016) melakukan penelitian mengenai pengaruh konsentrasi monomer terhadap properti adsorpsi dan desorpsi *thermosensitive* NIPAM-*co*-DMAAPS gel. Pada penelitian ini menggunakan variasi perbandingan konsentrasi monomer NIPAM:DMAAPS yaitu 2:8, 1,5:8,5 dan 1:9 dengan variasi suhu saat adsorpsi dan desorpsi yaitu 10 °C, 30 °C, 50 °C dan 70 °C dengan menggunakan larutan NaNO_3 . Dari penelitian yang telah dilakukan didapatkan hasil semakin tinggi suhu, semakin besar konsentrasi larutan NaNO_3 yang digunakan, dan semakin kecil konsentrasi monomer NIPAM pada NIPAM-*co*-DMAAPS gel, nilai *swelling degree* dari kopolimer gel semakin besar. Semakin rendah suhu, dan semakin besar konsentrasi larutan NaNO_3 maka akan semakin banyak ion Na^+ yang diadsorpsi oleh gel. Semakin kecil konsentrasi NIPAM dalam kopolimer gel, maka semakin besar nilai adsorpsinya, namun dari hasil menunjukkan nilai yang tidak signifikan.

I.2. Perumusan Masalah

Penelitian mengenai kopolimerisasi *sulfobetaine zwitterionic* polimer dan *thermosensitive* gel telah dilakukan oleh beberapa peneliti sebelumnya, sebagian besar penelitian hanya menekankan pada sintesa dan properti dari kopolimer gel. Penelitian terdahulu (Ningrum dkk, 2014) mengenai *zwitterionic* gel tanpa kopolimerisasi dapat diketahui properti *swelling degree* dan kemampuan DMAAPS gel dalam mengadsorb ion pada berbagai larutan serta diperoleh pula hubungan antara kedua

properti tersebut. Penelitian mengenai kopolimerisasi DMAAPS dengan NIPAM (Amaral dan Ratnasari, 2016) didapatkan bahwa dengan teknik kopolimerisasi daya adsorpsi NIPAM-*co*-DMAAPS meningkat sepuluh kali lipat dibandingkan dengan DMAAPS gel. Pada kopolimer gel ini juga mampu mendesorpsi ion dari berbagai suhu. Namun dalam penelitian ini hanya menggunakan perbandingan konsentrasi NIPAM:DMAAPS yaitu 1:9. Penelitian ini kemudian dilanjutkan oleh (Dewitasari dan Mulyadi, 2016) mengenai pengaruh konsentrasi monomer terhadap properti adsorpsi dan desorpsi *thermosensitive* NIPAM-*co*-DMAAPS gel dengan perbandingan konsentrasi NIPAM:DMAAPS yaitu 2:8, 1,5:8,5 dan 1:9. Dari perbandingan perbandingan konsentrasi tersebut didapatkan daya adsorpsi semakin meningkat namun daya desorpsinya kurang optimal.

Oleh karena itu mengacu pada penelitian sebelumnya perlu dilakukan penambahan konsentrasi NIPAM yang bertujuan untuk meningkatkan kemampuan desorpsinya. Dikarenakan properti dari kopolimer tergantung dari konsentrasi monomer penyusunnya, sehingga semakin semakin besar konsentrasi NIPAM, akan memudahkan kemampuan gel untuk *shrinking* yang mengoptimalkan kemampuan desorpsi ion. Selain itu juga diharapkan kemampuan adsorpsinya masih tetap tinggi. Dengan kemampuan adsorpsi maupun desorpsi ion yang baik maka gel akan mampu digunakan secara *reversible*. Oleh karena itu penelitian lanjutan ini ditujukan khususnya pada pemanfaatan NIPAM-*co*-DMAAPS gel sebagai alternatif *reversible* adsorben ion logam berat.

I.3. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini adalah:

1. Mempelajari pengaruh perubahan konsentrasi monomer NIPAM terhadap properti *swelling degree* dan adsorpsi ion dari NIPAM-*co*-DMAAPS gel.

2. Mempelajari pengaruh *swelling degree* dan adsorpsi pada berbagai waktu dan pengaruh *swelling degree*, adsorpsi dan desorpsi pada berbagai suhu.
3. Mempelajari kemampuan *reversibility* desorpsi ion dari NIPAM-*co*-DMAAPS gel.
4. Mempelajari pengaruh jenis ion logam terhadap properti *swelling*, adsorpsi dan desorpsi ion dari NIPAM-*co*-DMAAPS gel.

1.4. Manfaat Penelitian

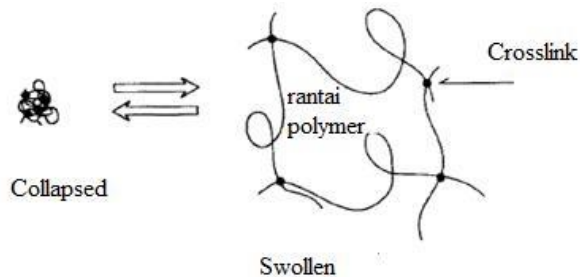
Manfaat dari penelitian ini adalah mendapatkan adsorben gel yang mempunyai sifat yang unggul dalam mendesorpsi ion secara *reversible*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Gel

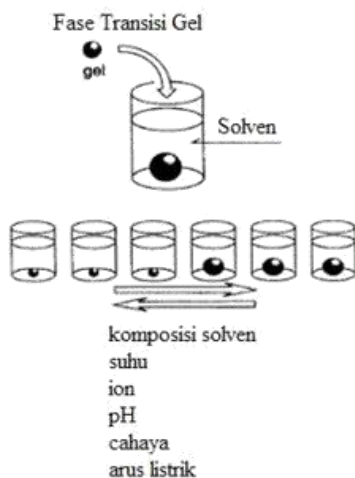
Gel merupakan bentuk *intermediet* dari padatan (*solid*) dan larutan (*liquid*). Gel mengandung polimer atau molekul rantai panjang yang dihubungkan satu dengan lainnya oleh *cross-linker* dan membentuk jaringan berpilin yang terlarut di larutan. Karakteristik dari gel tergantung dari antara dua komponen, yaitu *solid* dan *liquid*. Larutan akan mencegah jaringan polimer *collapse* menjadi massa yang padat, sedangkan jaringan menjaga larutan agar tidak keluar dari gel. Gel dapat mempertahankan bentuknya karena *shear modulus* ketika gel tersebut terdeformasi. Modulus gel berasal dari *cross-linking* dari polimer di dalam jaringan gel.



Gambar II.1.1 Skematik gel dalam dua fase yaitu fase *collapsed* dan *swollen*. (Tanaka. 1978)

Berbagai macam aplikasi dari gel telah dikembangkan diantaranya *disposable diapers*, *molecular sieve* untuk separasi molekuler antara lain berupa *gel permeation chromatography* (GPC), dan elektroforesis. *Thermosensitive* dan *pH sensitive* gel telah dikembangkan sebagai *drug delivery* sistem, dimana gel mampu melepaskan obat secara bertahap dengan perubahan suhu atau pH. Gel dibagi berdasarkan stimulan yang dapat mengontrol perubahan volume gel tersebut antara lain suhu, pH, foton, ion,

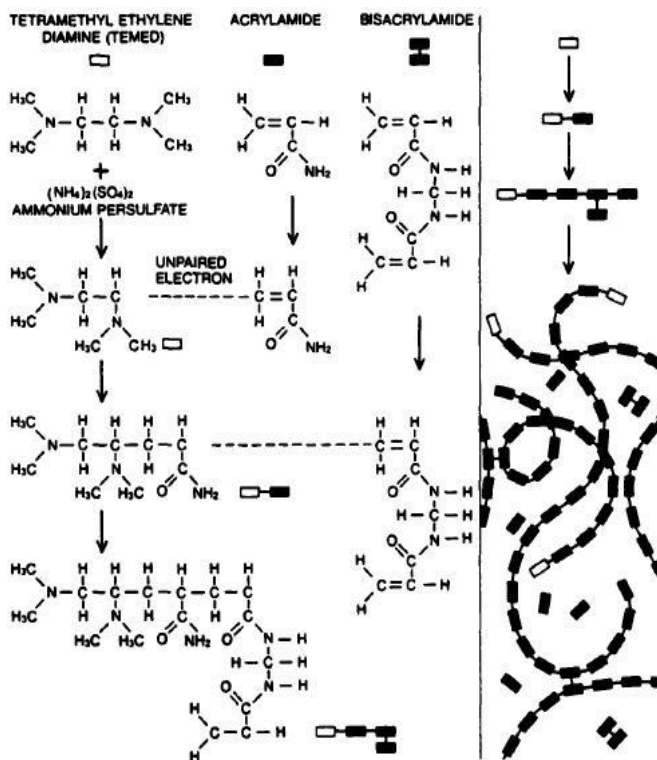
dan arus listrik. Pada umumnya, perubahan kecil stimulus mengakibatkan perubahan signifikan pada volume gel atau disebut dengan *volume phase transition* (VPT), sehingga kemampuan gel ini banyak dimanfaatkan dalam aplikasi aktuator maupun sensor, dan alat pengendali. **Gambar II.1.2** memperlihatkan VPT gel yang dipengaruhi berbagai macam stimulus.



Pada tahun 1981 Tanaka memperkenalkan gel dengan matriks polimer yang berasal dari *cross-linked polyacrylamide*. Gel disintesis dengan dua jenis monomer yaitu *acrylamide* dan *bisacrylamide*. *Acrylamide* yaitu monomer dari jenis molekul organik dengan gugus akhir gugus *aminocarbonyl* ($-\text{CONH}_2$). Sedangkan *bisacrylamide* terdiri dari dua monomer *acrylamide* yang terhubung melalui grup aminokarbonil. Air digunakan sebagai pelarut, dengan inisiator *ammonium persulfate* (APS) dan akselerator *tetramethyl ethylene diamine* (TEMED) yang ditambahkan untuk memulai reaksi polimerisasi.

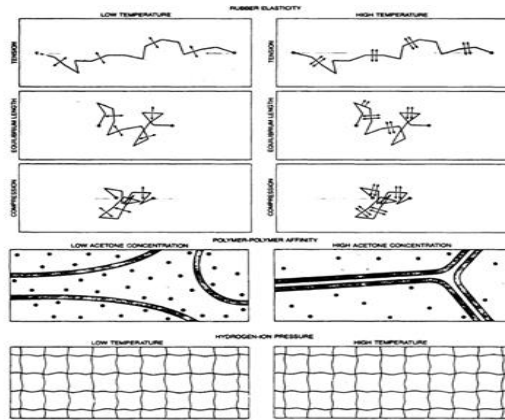
Tahap pertama dalam reaksi polimerisasi adalah reaksi antara *ammonium persulfate* dan TEMED dimana molekul TEMED diaktifkan oleh *ammonium persulfate* yang

menghasilkan molekul dengan elektron valensi yang tidak berpasangan. Molekul TEMED yang teraktifasi dapat dipasangkan dengan monomer *acrylamide* atau *bisacrylamide*. Pada proses akhir, elektron yang tidak berpasangan bereaksi dengan unit *acrylamide* sehingga menjadi reaktif. Monomer-monomer lainnya dapat pula teraktifasi dengan metode yang sama. Polimer berkembang menjadi lebih besar sampai persediaan monomer yang ada habis bereaksi dengan pusat aktif, selanjutnya bergeser terus menerus menjadi gugus rantai akhir yang bebas. Apabila larutan hanya mengandung monomer *acrylamide*, rantai polimer akan lurus tanpa ada percabangan. Sedangkan *bisacrylamide* dapat saling terhubung satu sama lain secara serentak dengan ikatan yang permanen, dan membentuk *poly(acrylamide)* yang tumbuh menjadi jaring kompleks yang tersusun atas simpul dan cabang-cabang. Polimerisasi berjalan selama 30 menit. Setelah beberapa jam *purging*, dilakukan pencucian gel dengan menggunakan *distilled water* untuk menghilangkan sisa monomer atau inisiator yang tidak bereaksi. *Poly(acrylamide)* gel berbentuk transparan atau tidak berwarna, sangat elastis, dengan permukaan lembut.

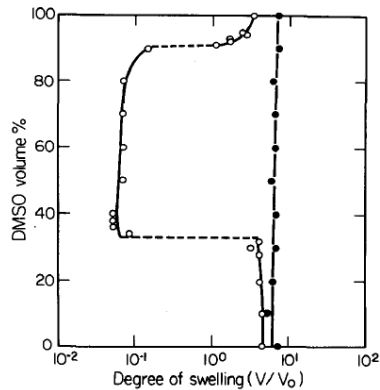


Gambar II.1.3 Polimerisasi Gel. Polimerisasi gel berlangsung melalui reaksi antar rantai. Tahap pertama adalah pengaktifan TEMED oleh *ammonium persulfat* yang menghasilkan molekul TEMED dengan elektron valensi yang tidak berpasangan. TEMED kemudian berpasangan dengan *acrylamide* yang ikut teraktifasi. Sepanjang rantai *acrylamide* tumbuh, sisi aktif selalu bergeser ke ujung rantai. *Bisacrylamide* mengandung dua unit *acrylamide* berpasangan melalui grup $-CONH_2$ yang menghubungkan dua ujung rantai aktif tersebut, dan berperan sebagai *cross-linker* diantara rantai-rantai polimer. (Tanaka. 1981)

Osmotic Pressure Gel adalah faktor yang menentukan gel mengembang (*swelling*) atau mengkerut (*shrinking*) yang merupakan kombinasi dari tiga komponen yaitu *rubber elasticity*, *polymer-polymer affinity*, dan *hydrogen ion pressure*. *Rubber elasticity*, *elasticity* merupakan kemampuan individual polimer untuk menegang (*stretch*) atau menahan tekanan (*compress*). Apabila untaian polimer ditarik sampai menegang (*stretch*), pergerakan random dari segmen-segmen memberikan dorongan ujung rantai untuk bergerak ke arah dalam. Sedangkan apabila untaian polimer ditekan (*compress*) pergerakan segmen ke arah luar. Jumlah gaya pada tengah rantai polimer menjadi nol karena besarnya gaya dari *rubber elasticity* terhadap suhu absolut. Polimer *affinity* adalah interaksi antara untaian *polyacrylamide* dengan solven. Polimer lebih larut di dalam air (titik hitam) dibandingkan dengan *acetone* (warna terang) (**Gambar II.1.4**). Ketika konsentrasi *acetone* tinggi, dua untai polimer dapat menurunkan total energinya dengan cara koagulasi dan mengeluarkan solven dari sela-sela polimer. *Polymer-polymer affinity* selalu bertanda negatif yang mengakibatkan penyusutan gel, dan naik seiring dengan kenaikan konsentrasi *acetone* namun tidak bergantung besarnya suhu. Faktor yang ketiga adalah *hydrogen-ion pressure*. Di dalam gel, muatan positif dari ion hidrogen dinetralkan oleh muatan positif pada jaringan polimer. Ion tersebut dapat bergerak bebas seperti molekul gas namun terjebak di dalam gel. Gerakan termal adalah acak dan besarnya proporsional terhadap suhu absolut. *Hydrogen-ion pressure* juga tergantung pada jumlah ion saat hidrolisis.

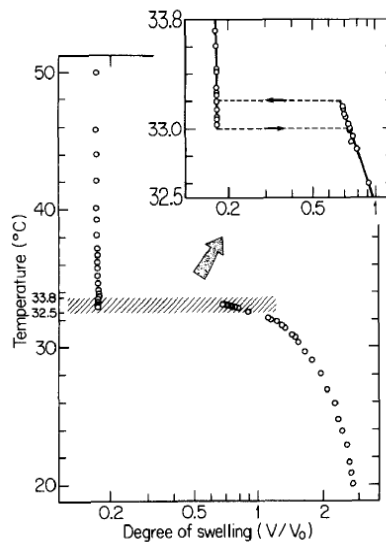


Gambar II.1.4 Tekanan osmotik pada gel. Tiga komponen yang menentukan tekanan osmotik pada gel yaitu *rubber elasticity*, *polymer-polymer affinity*, dan *hydrogen-ion pressure* (Tanaka. 1981)



Gambar II.1.5 Degree of swelling (rasio antara volume equilibrium dengan volume awal dari *N-isopropylacrylamide* gel (open circles) dan acrylamide gel (filled circles) dalam campuran air dan dimethylsulfoxide (DMSO) di plot sebagai fungsi komposisi pelarut. (Tanaka. 1984)

Pada **Gambar II.1.5** derajat *swelling* *N-isopropylacrylamide* dan gel *acrylamide* diplot sebagai fungsi komposisi DMSO dalam campuran. *N-isopropylacrylamide* gel direndam dalam campuran komposisi DMSO 0-33% volume sedikit *swell* dibandingkan dengan volume aslinya. Di atas 33% DMSO gel ini *collapse* ke dalam keadaan padat. Ada volume transisi diskontinyu pada 33% DMSO. Di atas 90% DMSO gel menunjukkan *reswelling* diskontinyu. Berbeda dengan gel *isopropylacrylamide*, gel *acrylamide* menunjukkan hanya sejumlah kecil dari *swelling* tanpa diskontinuitas.



Gambar II.1.6 *Degree of swelling* (rasio antara volume *equilibrium* dengan volume awal dari *N-isopropylacrylamide* gel (*open circles*) dalam campuran air di *plot* sebagai fungsi suhu. (Tanaka. 1984)

Keseimbangan *swelling* gel *N-isopropylacrylamide* dalam air murni sebagai fungsi $\frac{1}{\text{swell}}$, pada suhu tinggi gel tersebut *collapse*. Ada volume transisi diskontinyu sekitar 33,2 °C. Perilaku ini berbeda dengan gel *acrylamide* terionisasi yang mengembang pada suhu tinggi. Total entropi dari gel (polimer dan pelarut) harus meningkat pada suhu tinggi.

II.2 Sifat Zwitterionic Betaine Gel

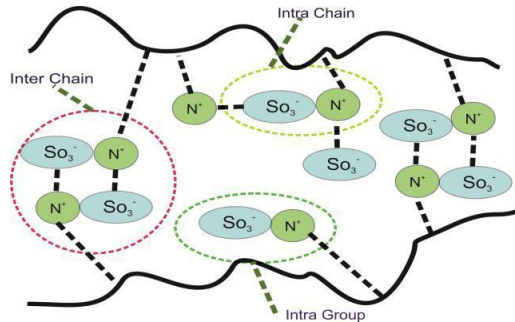
Polimer betaine gel atau biasa dikenal sebagai *polyzwitterions* merupakan bagian dari *polyampholytes* yang memiliki muatan positif atau negatif pada unit monomer yang sama. Polimer betaine larut dalam air murni dan larutan garam. Sebaliknya, *carboxybetaine*, *sulfobetaine*, dan *phosphobetaine* polimer memiliki efek mengganggu yang sangat kecil pada struktur jaringan ikatan hidrogen molekul air dalam larutan encer, karena kedekatan intra dan inter antara kelompok yang bermuatan sebaliknya. Zwitterions dengan berat molekul rendah dapat melipat intra-molekuler menjadi konformasi lingkaran berdasarkan perhitungan permodelan molekul dan NMR. Muatan positif dari zwitterions pada salah satu ujung molekul berinteraksi dengan muatan negatif di ujung tergantung pada panjang dan fleksibilitas spacer. Pola lipatan ini berguna untuk desain polimer supramolekul atau gel dengan memvariasikan fleksibilitas linker dan panjang. Sejumlah penelitian tentang polimer dan gel dari *zwitterionic sulfobetaine* telah dilakukan dalam beberapa tahun terakhir, sebagian besar telah menempatkan penekanan pada sintesis dan solusi properti dari polimer, seperti sifat termosensitif atau *swelling degree* dari gel, variasi pada konsentrasi monomer, konsentrasi *cross-linker*, konsentrasi garam, kekuatan ion dan sebagainya. Sebaliknya, penelitian tentang adsorpsi kation dan anion pada polimer dan gel tersebut relative sedikit, meskipun perilaku adsorpsi diakui mempengaruhi *swelling* dan transisi perilaku. Selain itu, ada sedikit informasi tentang dampak kondisi yang digunakan dalam penyusunan gel, seperti *cross-linker* dan monomer konsentrasi pada jumlah ion teradsorpsi ke gel. Perilaku adsorpsi polimer dan gel dari *zwitterionic sulfobetaine*

terutama ditentukan oleh interaksi antara kelompok dalam sulfobetaine (SO_3^- dan N^+) dan ion (kation dan anion) dalam larutan.

II.3 Polyzwitterionic

Polyzwitterions atau yang biasa disebut dengan *polymeric betaine* merupakan makromolekul yang terdiri dari sejumlah anionik dan kationik yang sama pada unit monomer yang sama. *Zwitterionic betaine* polimer sangat berbeda dari polimer ionik, dimana polimer ionik mengandung grup-grup fungsional bermuatan negatif dan positif.

Zwitterionic betaine polimer juga memiliki daya selektivitas ion karena kemampuannya untuk mengikat ion-ion melalui kedua muatan positif dan negatif (Neagu dkk. 2010). Keunikan karakter dari *zwitterionic betaine* yaitu kemampuan fragmen-fragmennya dalam membentuk sebuah konformasi siklik dari grup anionik kationik yang berdekatan dalam satu rantai polimer (*intra-chain*), atau antar grup anionik kationik dalam satu makromolekul (*inter-chain*), serta konformasi siklik *head-to-tail* dalam satu makromolekul (*intra-grup*) sehingga menghalangi kelarutan *zwitterionic betaine* dalam air (Kudaibergenov dkk. 2006). Interaksi diatas dipengaruhi oleh fleksibilitas dan panjang *alkylene* yang memisahkan dua muatan yang berlawanan yang juga menentukan solubilitas fase, volume, kemampuan ionisasi dan konformasi polimer betaine di dalam larutan *aqueous*.



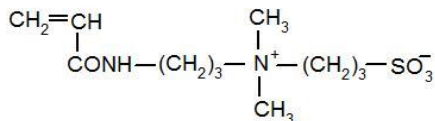
Gambar II.3.1 Interaksi (a) *Intra-grup*, (b) *intra-chain*, dan (c) *inter-chain* pada *polybetaine*.

Berdasarkan sifat alami dari grup ionik, *polymeric betaine* dapat dikelompokkan dalam berbagai jenis, yang kebanyakan tersebar luas yaitu *sulfobetaine*, *phosphobetaine*, dan *carbobetaine*.

1. *Polysulfobetaine*

Polysulfobetaine mengandung *sulfonate* sebagai grup yang bermuatan negatif dan *quaternary ammonium* sebagai grup yang bermuatan positif. *Sulfobetaine* disintesis melalui reaksi alkilsulfonasi dari monomer atau polimer amin tersier dengan *sultone*, sebagai contoh *1,3-propanesultone* or *1,4-buthanesultone*. Pada awal ditemukannya, polimer *betaine* diturunkan dari senyawa sulfo. Struktur kimia dari *polysulfobetaine* juga dapat diturunkan dari beberapa senyawa berikut: *ester* atau *amida* quaterner dari asam metakrilat, senyawa *polypyrrolidinium* quaterner, ion, dan senyawa *polyvinylpyridinium* atau *polyvinylimidazolium* (Kudaibergenov dkk. 2006). Pada penelitian ini *sulfobetaine* monomer pada NIPAM-co-DMAAPS dipilih sebagai agen pengadsorpsi karena mudah dalam mensintesis, stabil dalam mengadsorpsi ion, tidak dipengaruhi oleh pH, dan menunjukkan properti *thermosensitive* seperti

NIPAM dalam larutan *aqueous*. Contoh *sulfobetaine* polimer atau gel adalah *N,N*-dimethyl(*acrylamidopropil*)-ammonium propane sulfonate (DMAAPS) yang ditunjukkan oleh **Gambar II.3.2**

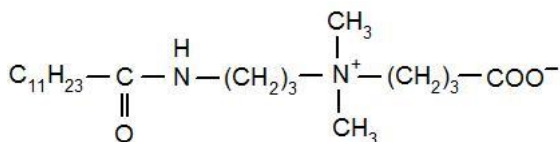


Gambar II.3.2 Struktur kimia dari *N,N*-dimethyl(*acrylamidopropil*) ammonium propane sulfonate (DMAAPS).

2. Polycarbobetaine

Polycarbobetaine mengandung karboksilat sebagai grup yang bermuatan negatif sedangkan *quaternary* ammonium sebagai grup yang bermuatan positif. Struktur kimia *polycarbobetaine* dibagi kedalam tiga grup yaitu: *polyzwitterion* yang diturunkan dari heterosiklik polimer atau senyawa vinil aromatik, *quaternary* ester atau *amide* dari asam metakrilat dimana *quaternary* nitrogen disubstitusi oleh grup alkoksi dari rantai yang berbeda, dan *quaternary polypyrolidinium* mengandung grup *alkylcarboxy* linear dan bercabang. Kinetika polimerisasi dari *carbobetaine* sangat tergantung pH karena karboksilat mampu diprotonasi pada larutan asam *aqueous*. Penambahan NaOH menghasilkan ionisasi grup karboksilat yang mampu mengurangi agregasi interaksi *inter-chain*. Namun dengan penambahan sedikit NaCl pH 12 akan meningkatkan penguraian interaksi *inter-chain* karena turunnya *hydrodynamic radius* dan *molar mass*. Penambahan NaCl secara terus menerus mengakibatkan pengembangan rantai karena terurainya interaksi *intra-chain*, sehingga pada konsentrasi NaCl yang cukup tinggi, masing-masing interaksi *intra-grup*, *intra-chain* dan *inter-chain* juga akan terurai. *Polycarbobetaine* lebih larut di dalam air jika dibandingkan dengan *polysulfobetaine*. Salah satu contoh

dari *polycarbobetaine* adalah *lauroyl amino propyl dimethyl carbobetaine* yang ditunjukkan pada **Gambar II.3.3**.

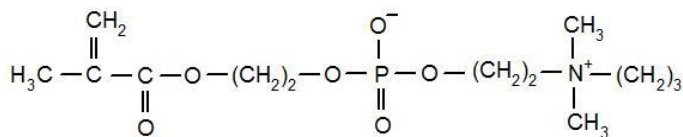


Gambar II.3.3 Struktur kimia *lauroyl amino propyl dimethyl carbobetaine*

Perbedaan utama antara *polycarbobetaine* dan *polysulfobetaine* adalah tingkat kebasaaan, karboksil grup dalam *carbobetaine* lebih basa dibandingkan dengan *sulfonate* grup dalam *polysulfobetaine*. Dengan menurunkan pH larutan *aqueous*, karboksilat grup dapat menjadi non ionik, sedangkan grup *sulfonate* tetap anionik bahkan pada saat pH rendah karena rendahnya pKa. Hal ini mengakibatkan turunnya viskositas *polycarboxybetaine* sampai mencapai minimum dengan transisi dari *polyanion* \leftrightarrow *polyzwitterion* \leftrightarrow *polycation*. Sedangkan pada pH rendah, *polysulfobetaine* tidak dapat menurunkan viskositasnya karena rendahnya tingkat kebasaaan dari grup *sulfonate*.

3. *Polyphosphobetaine*

Polyphosphobetaine mengandung *phosphate* sebagai grup bermuatan negatif dan juga ammonium sebagai grup yang bermuatan positif. Polimerisasi dari *polyphosphobetaine* sebagian besar diaktifasi oleh reaksi inisiasi redok atau fotokimia menjadi polimerisasi radikal bebas. Contoh dari polimer tipe *polyphosphobetaine* adalah *2-methacryloyloxyethyl phosphorylcholine* (MPC) yang ditunjukkan pada **Gambar II.3.4**.



Gambar II.3.4 Struktur kimia dari 2-methacryloyloxyethyl phosphorylcholine (MPC).

Kesulitan utama dalam mensintesis *phosphobetaine* adalah dalam penggabungan *phosphatidylcholine* dan *lesitin*. Namun, saat ini telah ditemukan metode yang lebih efektif dalam mensintesis monomer *phosphobetaine vinyl* yaitu melalui reaksi grup OH yang mengandung *methacrylate* atau *methacrylamide* dengan 2-chloro-2-oxo-1,3,2-dioxaphospholane, dan dilanjutkan dengan reaksi *ring opening* dengan *trimethylamine* yang menghasilkan senyawa yang mengandung *phosphorylcholine*. Polimer berasal kopolimer MPC dengan asam metakrilat banyak diaplikasikan dalam bidang bioteknologi.

Phosphobetaine kopolimer MPC dengan asam metakrilat disiapkan oleh polimerisasi radikal dalam air untuk meningkatkan sifat gel dimetakrilat *cross-linker* baru dengan linkage *phosphorylcholine* seperti yang digunakan dalam kopolimerisasi MPC dan 2-hidroksietil metakrilat. Hal tersebut ditemukan oleh Wang et al. bahwa turunan silang akrilamida dengan *N,N*-methylenebisacrylamide menyebabkan penurunan *swelling* gel dengan meningkatnya suhu.

Interaksi kelompok antara *zwitterionic betaine* gel dan larutan garam encer juga sangat menentukan sifat *zwitterionic betaine* gel. Kelarutan polimer *zwitterionic betaine* dan *swelling degree* gel dalam larutan garam tergantung pada sifat dari anion dan kation dan baik dijelaskan oleh Hofmeister dan teori Pearson. Untuk garam dengan anion umum (Cl^-) dan kation monovalen, kelarutan berkurang sebagai $\text{K}^+ > \text{Na}^+ > \text{NH}_4^+ > \text{Li}^+$, sedangkan

untuk kation divalen kelarutan berkurang dalam urutan $\text{Ba}^{2+} > \text{Sr}^{2+} > \text{Ca}^{2+} > \text{Mg}^{2+}$. Selanjutnya, kelarutan berkurang dalam urutan $\text{ClO}_4^- > \text{I}^- > \text{Br}^- > \text{Cl}^- > \text{F}^-$ di hadapan garam dengan kation umum (K^+) tetapi spesies anion yang berbeda. *Polybetaine* memiliki kapasitas mengikat kuat terhadap garam dengan berat molekul rendah karena kepadatan tinggi di unit dipolar dan momendipol, dan digunakan secara luas sebagai elektrolit padat untuk baterai energi tinggi. Perilaku seperti ditunjukkan untuk sejumlah *polybetaine* dicampur dengan LiClO_4 , NaClO_4 , NaNO_3 , NaBr , atau NaI .

II.4 Perilaku Swelling dari Betaine Gel

Gel *polybetaine* mirip dengan gel polielektrolit yaitu, sensitif terhadap rangsangan eksternal seperti pH, suhu, kekuatan ionik, alam pelarut, dan DC medan listrik. gel polielektrolit juga bisa *swell*, *shrink*, atau *bend* ketika arus listrik eksternal diterapkan. Properti listrik dari gel *polybetaine* tergantung pada pH larutan luar, kekuatan ionik, arah medan listrik sehubungan dengan spesimen gel, dan tegangan yang diberikan. *Swelling* dari polimer *sulfobetaine* gel bervariasi sebagai fungsi dari konsentrasi garam dan suhu, menunjukkan pentingnya asosiasi kinerja antara gugus zwiterionik dari bahan zwiterionik. *Swelling* dan sifat mekanik dari gel berdasarkan cross linked monomer zwiterionik *N,N-dimethylmethacryloyloxyethyl-N-(3-sulfopropyl) amonium betaine* dengan etilena glikol dimetakrilat telah ditentukan sebagai fungsi temperatur oleh Huglin et al. volumetrik *swelling* telah ditemukan untuk menurunkan sedikit suhu. Di sisi lain, modulus Young serta kepadatan cross linked meningkat dengan suhu secara eksperimental. Serangkaian xerogels berdasarkan *sodium acrylate* (SA), *N,N-dimetil(acrylamidopropyl) amonium propane sulfonate* (DMAAPS) atau *dimetil(methacryloyloxyetil) amonium propane sulfonate* (DMAPS) dilaporkan. Perilaku *swelling* terkait dengan struktur kimia, komposisi, dan sifat larutan garam eksternal. Perilaku *swelling* berbagai kopolimer gel berdasarkan *sulfobetaine* juga telah dilakukan. Lee et al. meneliti sifat *swelling* gel zwiterionik dalam berbagai larutan garam. Gel

zwiterionik berasal dari *N-isopropylacrylamide* (NIPAAm), trimetil acrylamidopropyl amonium iodida (TMAAI), dan dimetil(methacryloxyethyl) amonium propane sulfonate (DMAPS) dalam berbagai larutan garam. Dilaporkan bahwa dalam larutan garam, rasio *swelling* gel NIPAAm murni tidak berubah secara signifikan dengan peningkatan konsentrasi garam sampai konsentrasi garam lebih besar dari 0,5 M. Selain itu, gel kopolimer memperlihatkan perilaku *polyelectrolytic* bawah konsentrasi garam yang lebih rendah (10⁻⁵-10⁻¹ M), ditunjukkan gel nonionik (seperti NIPAAm) perilaku pada konsentrasi garam 0,1-0,5 M, dan menunjukkan perilaku *antipolyelectrolytic* atau efek *polyzwitterionic* pada konsentrasi garam lebih dari 0,5 M.

II.5 Sifat Adsorpsi Ion Betaine Gel

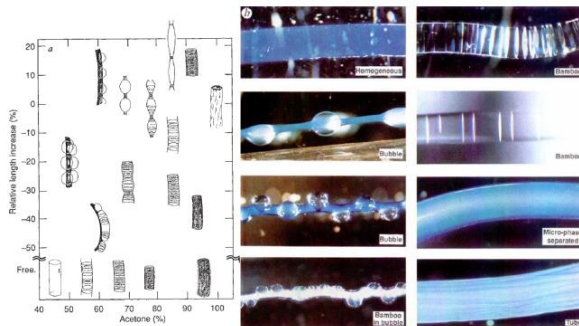
Kapasitas adsorpsi *polybetaine* merupakan subjek penelitian ini. Pengembangan baru pada zwiterionik ion-exchanger menunjukkan bahwa ion-exchanger menunjukkan selektivitas pemisahan yang unik dan kemungkinan pemisahan simultan kation dan anion pada satu kolom. Selain itu, kehadiran dari charged group yang berlawanan pada permukaan fase diam dapat memberikan pemisahan analit zwiterionik karena interaksi simultan analit dengan kedua kelompok fungsional fase diam. Neagu et al. meneliti kapasitas retensi divalen dan trivalen logam berat dalam penukar ion zwiterionik dengan gugus *carboxybetaine* berdasarkan 4-vinylpyridine, kopolimer divinylbenzene dengan dua struktur morfologi yaitu, porous dan non-porous jenis gel. Kedua jenis gel yang disintesis untuk studi mereka ditahan ion logam dan anion dari larutan aqueous namun tidak menyerap logam alkali tanah.

Adsorpsi dalam serangkaian polimer hibrida zwiterionik dibuat dari polimerisasi ring opening dari dianhydride piromelitat asam (PMDA) dan phenylaminomethyl trimetoksisilan (PAMTMS), dan proses sol-gel selanjutnya diselidiki oleh Liu et al. Dilaporkan bahwa polimer hibrida zwiterionik memiliki afinitas yang lebih besar untuk Pb²⁺. Efisiensi desorpsi Cu²⁺ dan

Pb^{2+} masing-masing mencapai hingga 96 dan 89%. Keduanya menunjukkan bahwa mereka dapat diregenerasi dan didaur ulang dalam industri. Temuan mereka menunjukkan bahwa polimer ini adsorben menjanjikan untuk menghilangkan selektif Pb^{2+} dari Pb^{2+} / Cu^{2+} campuran larutan, dan dapat diterapkan untuk memisahkan dan memulihkan ion logam berat dari air yang tercemar dan limbah kimia.

II.6 Volume Phase Transition

Polimer gel dapat menjalani fase transisi volume (baik *continouos* atau *discontinouos*) saat stimulus eksternal seperti temperatur atau komposisi pelarut. Selama masa transisi volume dapat berubah hingga seribu kali dan bermacam pola pengembangan pada gel. Pola yang timbul dari *sweeling* dan *shrinking* berbeda dikedua penampilan dan mekanisme fisiknya. Mekanisme pembentukan dan perubahan pola pada *sweeling* gel akibat ketidakstabilan mekanisme. Sebaliknya pola *shrinking* terlihat sensitif terhadap kedua keadaan awal dan akhir dari transisi. Berikut klasifikasi pola *shrinking* pada gel *acrylamide* dalam bentuk fase diagram.



Gambar II.6.1 Diagram fase yang menunjukkan area konsentrasi aseton dan *relative length increase* pada gel *acrylamide* yang terbentuk. (Tanaka. 1984)

Gambar II.6.1 merupakan suatu diagram fase yang menunjukkan pola gel *acrylamide* berdasarkan wilayah konsentrasi aseton dan *final fixed length*. Untuk bagian negatif dari *relative length increase* menunjukkan bahwa *final fixed length* lebih pendek dibanding *original length*, dimana saat bernilai positif gel *stretched* sebelum *shrinking*. Tanaka et al. melakukan penelitian mengenai pengaruh ionisasi gel dengan membuat gel terionisasi pada kopolimerisasi *acrylamide* dan *sodium acrylate*. Efeknya adalah untuk menggeser diagram fase menuju konsentrasi aseton yang lebih tinggi dan memperluas area dimana gabungan pola *bamboo* dan *bubble* terlihat. Setelah terbentuk pola *bamboo*, *tube* and *bubble* yang stabil dan tidak menghilang untuk waktu yang lama. Area *dilute* dari jaringan polimer dalam semua pola menjadi berongga di beberapa titik yang mengakibatkan rantai polimer terputus. Hal ini memungkinkan gel *sweeling* di dalam air.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Sintesa *N*-isopropylacrylamide (NIPAM; KJ Chemicals Co., Ltd., Japan) sebagai monomer primer untuk kopolimer gel dimurnikan dengan metode rekristalisasi gel dengan menggunakan *N*-hexane. Sintesa *polyN,N*-dimethyl-(*acrylamido propyl*) *ammonium propane sulfonate* (DMAAPS) dengan menggunakan metode yang dikenalkan oleh (Lee dan Tsai, 1994) yaitu reaksi *ring opening* dari *N,N*-dimethylaminopropylacrylamide (DMPAA; KJ Chemicals Co., Ltd., Japan) and *1,3-propanesultone* (PS; Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., Japan). Larutan campuran dari PS (75 g) dan *acetonitrile* (75 g) ditambahkan tetes demi tetes kedalam larutan campuran DMPAA (100 g) dan *acetonitrile* (200 g) selama 90 menit disertai dengan pengadukan pada suhu 30 °C. Pengadukan dilanjutkan sampai 16 jam, selanjutnya kristal DMAAPS dicuci menggunakan *acetone* 500 mL. Pengadukan dilanjutkan kembali pada suhu kamar selama 2 hari. Kristal putih yang terbentuk kemudian difiltrasi dan dicuci kembali menggunakan 500 mL *acetone*, lalu dikeringkan pada *vacuum oven* kurang lebih selama 24 jam pada suhu 50 °C.

Sedangkan kopolimer (NIPAM-co-DMAAPS) gel disintesa melalui reaksi polimerisasi radikal bebas. Pertama-tama *N*-isopropylacrylamide (NIPAM), DMAAPS, *N,N*'-Methylenbisacrylamide (MBAA) dan *N,N,N',N'*-tetramethylethylenediamine (TEMED) dilarutkan kedalam distilled water hingga volume larutan total mencapai 100 mL. Larutan monomer ini kemudian dituangkan ke dalam *separable flask* berleher empat. Larutan di-*purging* dengan menggunakan nitrogen gas untuk menghilangkan oksigen terlarut selama 10 menit, kemudian larutan *ammonium peroxodisulfate* (APS)

sebanyak 20 mL yang telah di-*purging* sebelumnya ditambahkan ke dalam larutan monomer. Reaksi polimerisasi berlangsung selama 6 jam pada suhu 10 °C dengan tetap mengalirkan nitrogen gas selama reaksi berlangsung. Kondisi sintesa kopolimer gel dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel III.1 Kondisi Sintesa Kopolimer Gel

		Konsentrasi (mmol/L)
Monomer	<i>N,N</i> -dimethyl(acrylamidopropyl) ammonium propane sulfonate (DMAAPS)	100, 200, 300
	<i>N</i> -isopropylacrylamide (NIPAM)	900, 800, 700
Linker	<i>N,N'</i> -Methyl-enebisacrylamide (MBAA)	30
Akselerator	<i>N,N,N',N'</i> -tetramethylenediamine (TEMED)	10
Inisiator	Ammonium peroxodisulfate (APS)	2

Untuk mendapatkan silinder gel, sintesis gel dilakukan di dalam *separable flask* leher empat dengan menempatkan gelas *tube* berukuran 3 mm (dia) dan 2 cm (p). Reaksi pembentukan gel berlangsung kurang lebih selama 30 detik, dan setelah reaksi polimerisasi selesai gel yang terbentuk di dalam *glass tubes* dipotong dengan panjang 3mm. NIPAM-co-DMAAPS gel kemudian dicuci dengan *distilled water* dan dikeringkan secara perlahan selama beberapa hari pada kertas teflon yang

dihamparkan pada *petridish*. *Petridish* ditutupi dengan *plastic film* yang telah diberi lubang-lubang kecil untuk mengurangi penguapan. Hal ini bertujuan untuk mencegah keretakan gel dengan menurunkan laju pengeringannya. Produk gel yang lain dipotong-potong dengan ukuran kecil, dicuci, dan dikeringkan di dalam *oven*. Selanjutnya gel yang telah kering di-*mixer* dan diayak untuk mendapatkan ukuran kisaran $\geq 90 \mu\text{m}$. Gel berbentuk silinder digunakan dalam uji *swelling*, sedangkan gel dengan ukuran $\geq 90 \mu\text{m}$. diperlukan dalam uji adsorpsi dan desorpsi ion pada kopolimer gel menggunakan analisa *Atomic Absorbtion Spectrophotometry* (AAS).

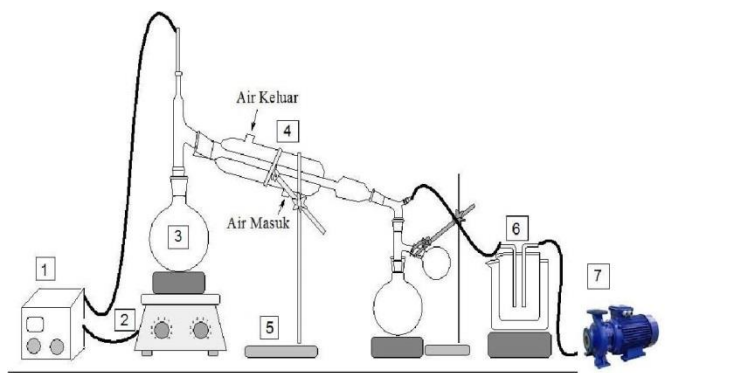
III.1 Bahan yang Digunakan

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah :

1. Monomer : *N-isopropylacrylamide* (NIPAM) dan *N,N-dimethyl(acrylamidopropyl) ammonium propane sulfonate* (DMAAPS)
2. Linker : *N,N'-methylenebisacrylamide* (MBAA)
3. Akselerator: *N,N,N',N'-tetramethylethylenediamine* (TEMED)
4. Inisiator : *Ammonium peroxodisulfate* (APS)
5. *N,N-dimethylaminopropylacrylamide* (DMPAA)
6. *1,3-propanesultone* (PS)
7. *4-methoxyphenol*
8. *Acetonitrile*
9. *Acetone*
10. *Hexane*
11. *Benzene*
12. *Distillate Water*
13. Larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
14. Nitrogen liquid
15. Nitrogen gas

III.2 Peralatan Penelitian

1. Pemurnian DMAPAA

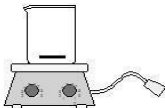
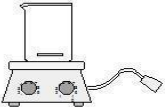
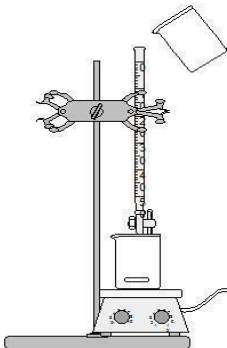
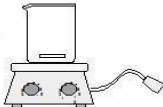
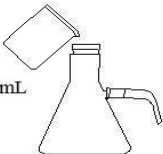
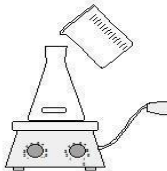
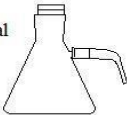
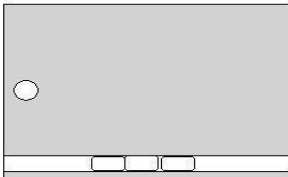


Gambar III.2.1 Tahapan Proses Pemurnian *N,N*-dimethylaminopropylacrylamide (DMAPAA)

Keterangan Gambar :

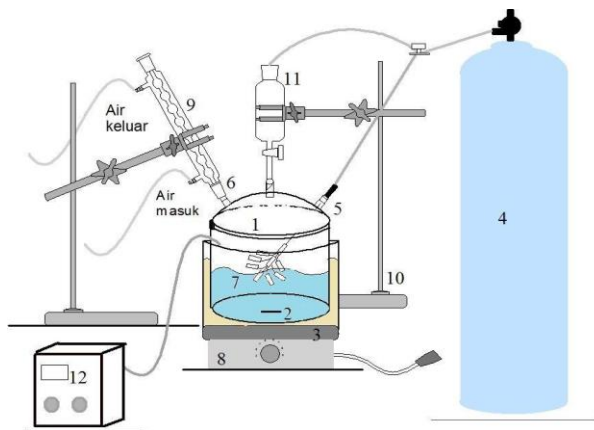
1. *Controller*
2. *Hot Plate*
3. *Labu Distilasi*
4. *Kondensor Liebig*
5. *Statif*
6. *Vacuum Trap*
7. *Pompa Vacuum*

2. Pembuatan monomer DMAAPS

1. Larutan A (DMPAA 100 gr + *Acetonitril* 200 gr) dengan pengadukan 10 menit

2. Larutan B (1,3 *Propane sultone* 75 gr + *Acetonitril* 75 gr) dengan pengadukan 10 menit

3. Menambahkan tetes demi tetes larutan B ke larutan A selama 90 menit suhu 30°C

4. Pengadukan larutan pada suhu 30°C selama 16 jam

5. Pencucian kristal dengan acetone 500mL

6. Tambahkan acetone 500 mL dan pengadukan selama 2 hari pada suhu kamar

7. Penyaringan kristal

8. Pengeringan DMAAPS pada suhu 50°C selama 2 jam


Gambar III.2.2 Tahapan proses pembuatan monomer DMAAPS

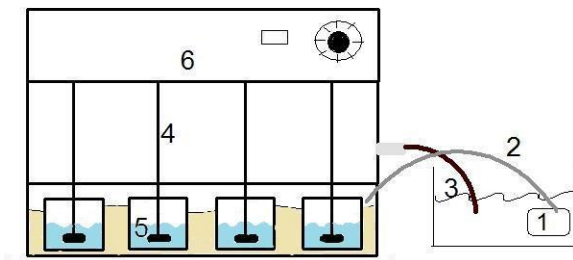
3. Pembuatan kopolimer gel NIPAM-co-DMAAPS



Gambar III.2.3 Sketsa pembuatan kopolimer gel NIPAM-co-DMAAPS

1. Reaktor polimerisasi
2. *Magnetic stirrer*
3. *Water Bath*
4. Tabung N₂
5. N₂ Inlet
6. Gas Outlet
7. Gas Outlet
8. *Stirrer*
9. Kondensor
10. Statif dan klem holder
11. *Inlet* inisiator

4. Jar Test



Gambar III.2.4 Gambaran peralatan untuk *jar test*

III.3 Prosedur Penelitian

1. Pemurnian *N,N*-dimethylaminopropylacrylamide (DMPAA)

1. Mempersiapkan DMPAA sebanyak 2 x 450 mL
2. Memasukkan DMPAA kedalam labu leher 2.
3. Menambahkan padatan 4-methoxyphenol sebanyak 0.5 gram kedalam larutan DMPAA.
4. Memulai proses distilasi larutan DMPAA sehingga diperoleh hasil distilat DMPAA yang berwarna kuning transparan
5. Produk *raffinate* sebagai residu berwarna kuning pekat

2. Pembuatan Monomer *N,N*-dimethyl (acrylamidopropyl) ammonium propane sulfonate (DMAAPS)

1. Mempersiapkan DMPAA sebanyak 100 gram dan *acetonitril* sebanyak 200 gram, kemudian mencampurkan kedua komponen dan diaduk selama 10 menit.

2. Mempersiapkan *1,3-propane sultone* sebanyak 75 gram dan *acetonitrile* sebanyak 75 gram, kemudian mencampurkan kedua komponen dan diaduk selama 10 menit.
3. Menambahkan tetes demi tetes larutan PS kedalam larutan DMAPAA selama 90 menit pada suhu 30°C dengan pengadukan
4. Melakukan pengadukan pada suhu 30°C selama 16 jam sampai terbentuk kristal DMAAPS
5. Produk presipitasi kristal DMAAPS kemudian dicuci menggunakan larutan acetone 500 mL.
6. Menambahkan acetone 500 mL pada produk kristal DMAAPS selanjutnya dilakukan pengadukan pada suhu kamar selama 2 hari.
7. DMAAPS dipisahkan dari larutannya menggunakan *vacuum filter*.
8. Produk DMAAPS kemudian dikeringkan dalam *vacuum oven* selama 2 jam pada suhu 50°C
9. Produk monomer DMAAPS siap dipergunakan untuk pembuatan kopolimer gel.

3. Pemurnian monomer N-isopropylacrylamide (NIPAM)

1. Mempersiapkan benzene sebagai solven untuk NIPAM sebanyak 510 mL.
2. Mempersiapkan NIPAM sebanyak 300 gram.
3. Mempersiapkan hexane (non solven untuk NIPAM) sebanyak 10 x dari total larutan (NIPAM+benzene) sebanyak kurang lebih 5 liter.
4. Mempersiapkan 6 buah erlenmeyer berukuran masing-masing 1000 mL.
5. Campurkan benzene dan NIPAM dan lakukan

- pengadukan sampai NIPAM terlarut homogen.
6. Membagi larutan NIPAM+benzene kedalam 6 buah erlenmeyer yang telah dipersiapkan sebelumnya.
 7. Menambahkan hexane kedalam erlenmeyer tersebut sehingga total larutan NIPAM+benzene+hexane sebanyak kurang lebih 1 liter.
 8. Menutup erlenmeyer dengan plastik film dan masukkan ke dalam almari pendingin selama 1 hari.
 9. Produk kristal NIPAM yang diperoleh kemudian dipisahkan dengan *vacuum filter*
 10. Produk kristal NIPAM kemudian dikeringkan kedalam *vacuum oven* selama 2 jam pada suhu 50°C.
 11. Produk monomer NIPAM siap dipergunakan untuk pembuatan kopolimer gel.

4. Pembuatan kopolimer gel NIPAM-co-DMAAPS

1. Mempersiapkan monomer DMAAPS dan NIPAM dengan total konsentrasi 1000 mmol/L (total volume larutan 120 mL).
2. Menambahkan *cross-linker* MBAA 30 mmol/L dan akselerator TEMED 10 mmol/L.
3. Melarutkan kedalam *distilled water* dengan total volume 100 mL sehingga diperoleh larutan A.
4. Masukkan larutan kedalam labu leher empat dengan suhu 10°C.
5. *Purging* menggunakan gas N₂ dengan *flowrate* (500 mL/min).
6. Melakukan pengadukan selama 10 menit dengan

- kecepatan tinggi untuk menghomogenkan larutan.
7. Setelah 10 menit, persiapkan inisiator APS 2 mmol/L dalam 20 mL *distilled water*.
8. Masukkan ke dalam labu inisiator sehingga diperoleh larutan B dan *purging* dengan gas N₂, kemudian tunggu selama 30 menit.
9. Campurkan kedua larutan A dan larutan B dengan *stirrer* dan tetap mem-*purging* dengan gas N₂.
10. Menunggu 15 detik hingga tercampur sempurna.
11. Menarik *holder glass silinder* dan naikan kecepatan *stirrer*.
12. Dalam 5 menit kopolimer gel terbentuk, dan reaksi polimerisasi berlangsung selama 6 jam sambil di-*purging* menggunakan N₂.
13. Memotong silinder gel dengan ukuran 2 x 2 mm, dan memotong kasar gel untuk percobaan adsorpsi.
14. Mencuci gel dengan *distilled water* selama 7 hari dengan mengganti *distilled water* setiap hari.
15. Keringkan gel pada kertas teflon untuk selanjutnya digunakan dalam *experiment* adsorpsi dan desorpsi, dan *swelling* properti.

III.4 Variabel Penelitian

Variabel – variabel yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Variabel tetap
 - a. Sintesis kopolimer gel dilakukan pada temperatur 10 °C
 - b. Konsentrasi total monomer adalah 1000 mmol/L
2. Variabel Input
 - a. Konsentrasi larutan Zn(NO₃)₂ dan Pb(NO₃)₂ : 10 mmol/L

- b. Konsentrasi *cross-linker* (MBAA) : 30 mmol/L
 - c. Suhu adsorpsi dan desorpsi : 10 °C, 30 °C, 50 °C, dan 70 °C
 - d. Komposisi monomer (NIPAM dan DMAAPS)
 - NIPAM:DMAAPS=9:1
 - NIPAM:DMAAPS=8:2
 - NIPAM:DMAAPS=7:3
3. Variabel Respon
- Konsentrasi ion dalam kopolimer gel
 - Swelling degree DMAAPS, NIPAM, dan kopolimer gel

III.5 Karakterisasi Hasil Penelitian

1. Uji *Swelling degree* (SD)

Swelling degree (SD) dilakukan dengan memasukkan silinder gel yang diameternya telah diukur dengan *milimeter block* pada suhu 70 °C dan dibiarkan selama 15 jam untuk mengembang dan mencapai *equilibrium swelling*. Kemudian diameter gel diukur kembali dengan menggunakan *milimeter block*. Suhu larutan untuk penelitian ini adalah pada suhu 10 °C, 30 °C, 50 °C dan 70 °C. *Swelling degree* dihitung menggunakan persamaan 3.1

$$Swelling Degree = \frac{d_{swell}^3}{d_{dry}^3} \dots\dots\dots 3.1$$

Dimana d_{swell} menunjukkan diameter gel yang telah mencapai *equilibrium swelling* pada suhu tertentu (*diameter of swollen gel*) sedangkan d_{dry} menunjukkan diameter gel kering (*dry gel*).

2. Uji Adsorpsi / Desorpsi

Pada penelitian ini, larutan yang digunakan pada proses adsorpsi dan desorpsi adalah $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$. Satu gram kopolimer gel ditambahkan ke dalam gelas botol yang berisi 20 mL larutan *aqueous* dengan konsentrasi 10 mmol/L. Gelas botol kemudian diletakkan di dalam *waterbath* yang disertai pengadukan selama 15 jam pada suhu yang diinginkan untuk mencapai kondisi adsorpsi *equilibrium*. Untuk menghitung konsentrasi kation maupun anion di dalam larutan setelah proses adsorpsi dan desorpsi, gel dipisahkan dari larutan dengan *sentrifuge* selama 10 menit. Kemudian gel difiltrasi dengan *syringe filter*. Untuk uji desorpsi dilakukan dengan memasukkan gel hasil adsorpsi yang sudah dikeringkan sebelumnya ke dalam masing-masing larutan yaitu $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi yang sama dan dilanjutkan dengan pengadukan selama 15 jam pada suhu yang diinginkan, sehingga didapatkan larutan akhir dengan metode yang sama pada eksperimen adsorpsi.

Jumlah ion yang teradsorpsi ke dalam gel dihitung dari konsentrasi kation dan anion sebelum dan sesudah proses adsorpsi dengan menggunakan persamaan 3.2,

$$Q = \frac{(C_0 - C) V}{m} \dots\dots\dots 3.2$$

Sementara untuk menghitung jumlah ion yang terdesorpsi ke dalam distilled water menggunakan persamaan 3.3,

$$Q = \frac{(C_f - C_0) V}{m} \dots\dots\dots 3.3$$

dimana Q adalah jumlah kation atau anion yang teradsorpsi atau yang terdesorpsi, C_0 adalah konsentrasi dari ion dalam larutan sebelum proses adsorpsi atau desorpsi, C adalah konsentrasi dari ion dalam larutan setelah proses adsorpsi atau desorpsi, V adalah volume larutan, and m adalah berat *dry* gel (90 μm). Konsentrasi ion ditentukan dengan menggunakan analisa *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS).

3. Uji FTIR

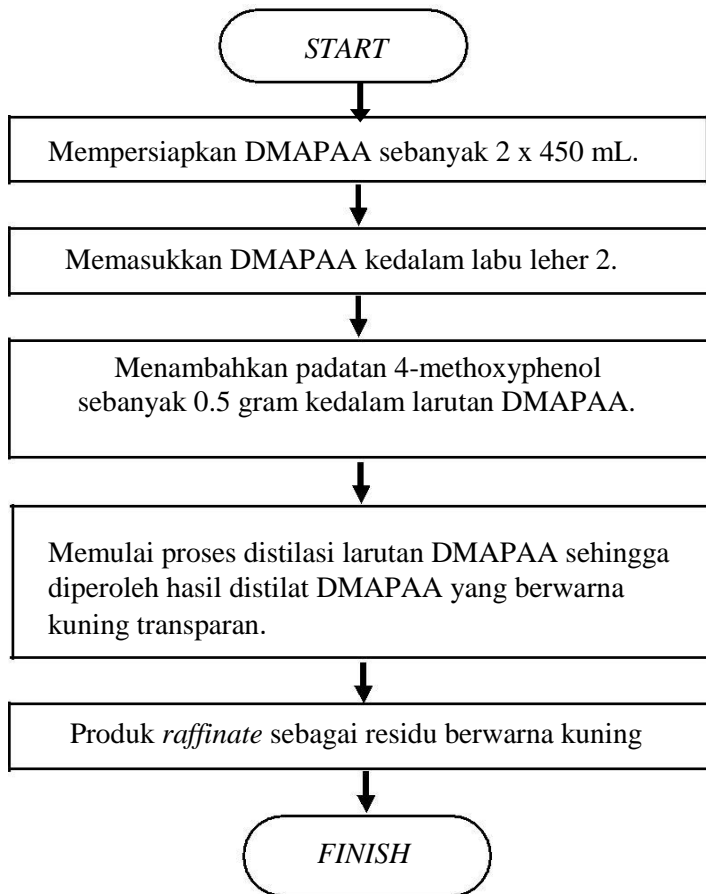
Fourier-transform Infrared Spectroscopy (FTIR) dilakukan dengan tujuan mengidentifikasi gugus fungsional dalam senyawa. Pertama mempersiapkan NIPAM, DMAAPS, dan gel kering yang selanjutnya akan di teliti menggunakan *spectrofotometri infrared*. Pada uji ini diperoleh data *wavenumbers* (cm^{-1}) dimana dari data tersebut kita dapat mengidentifikasi gugus fungsional dalam senyawa tersebut sesuai dengan data *range* gugus fungsi yang tersedia.

4. Uji Reversibility

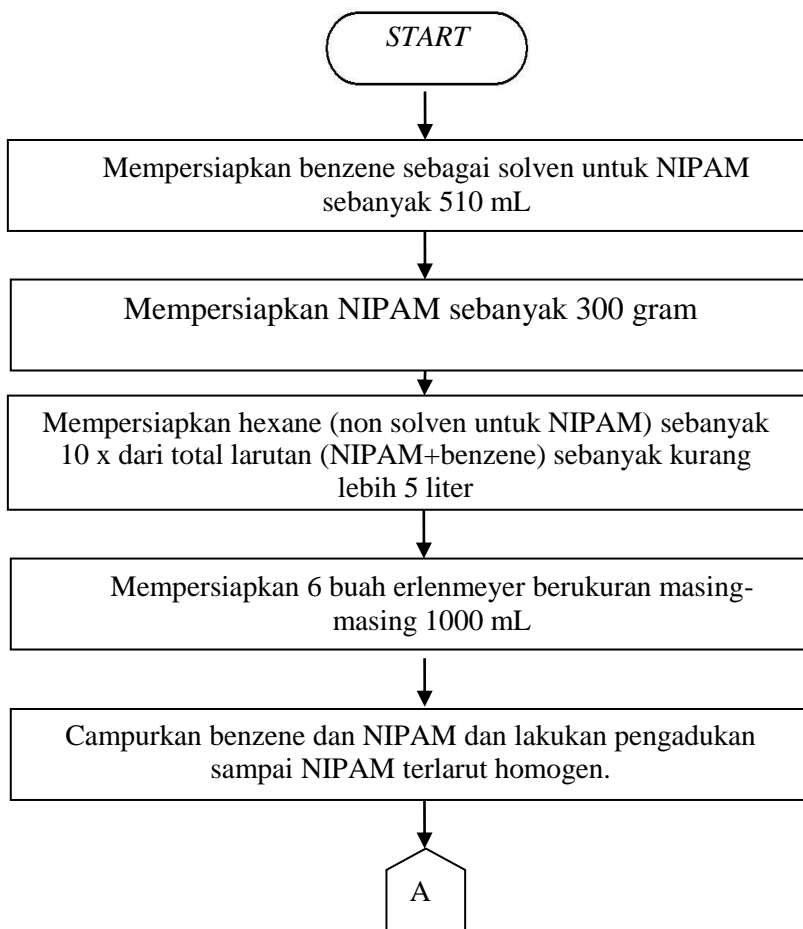
Pada pengujian ini menggunakan metode yang sama dengan metode adsorpsi. Uji desorpsi dilakukan dengan memasukkan *crush* gel hasil adsorpsi yang sudah dikeringkan sebelumnya ke dalam masing-masing larutan yaitu $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan konsentrasi masing – masing larutan 10 mmol/L. Kemudian dilakukan pengadukan selama 15 jam pada suhu yang diinginkan. Untuk menghitung konsentrasi ion di dalam larutan setelah proses adsorpsi dan desorpsi, gel dipisahkan dari larutan dengan *sentrifuge* selama 10 menit. Kemudian gel difiltrasi dengan *syringe filter*. Gel di oven untuk digunakan kembali dalam metode adsorpsi. Tahap ini dilakukan terus menerus hingga gel tidak mampu untuk mengadsorb ion lagi atau nilai adsorpsi maupun desorpsinya sangat kecil.

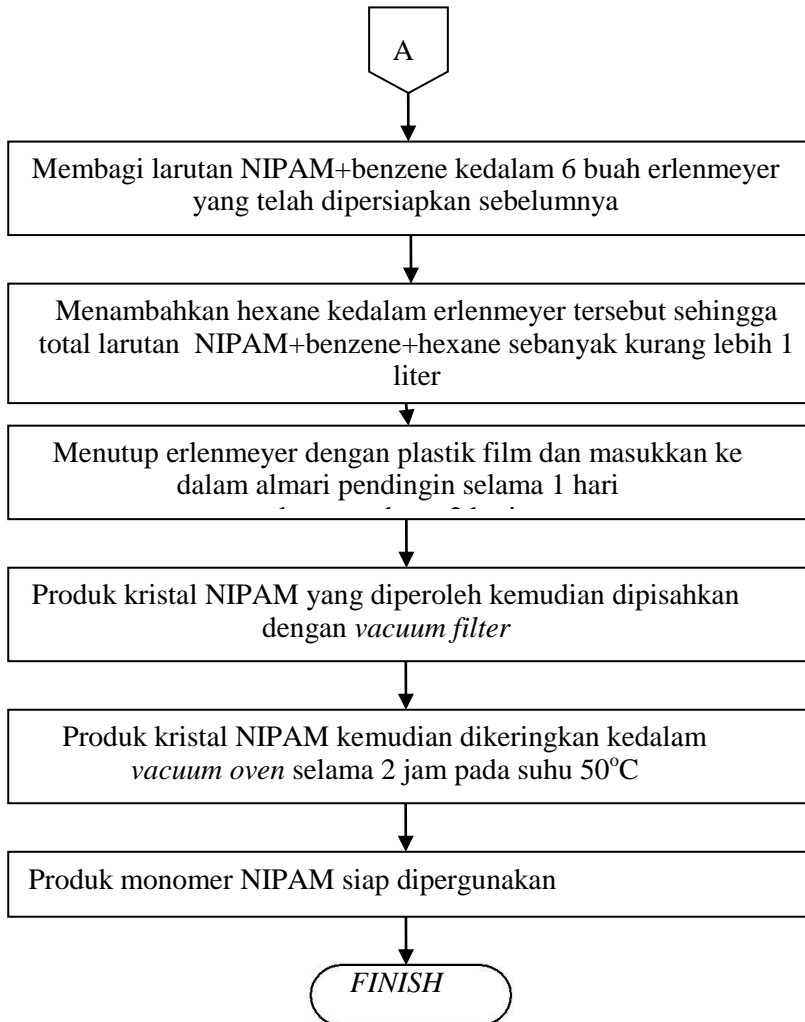
III.6 Diagram Blok Penelitian

1. Pemurnian DMAPAA

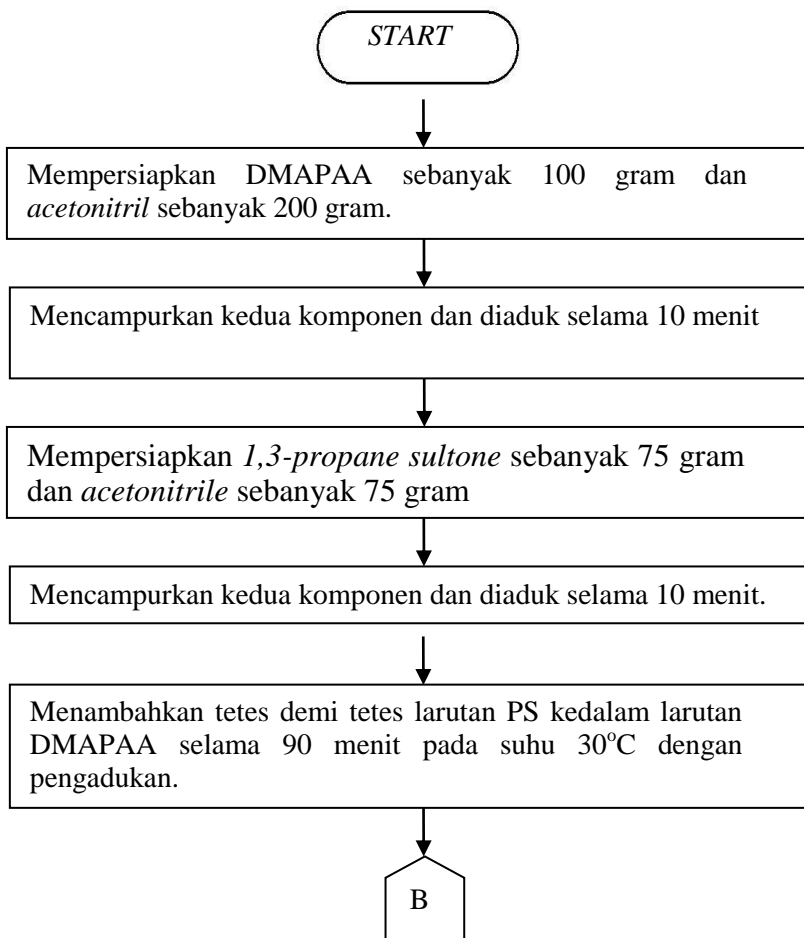


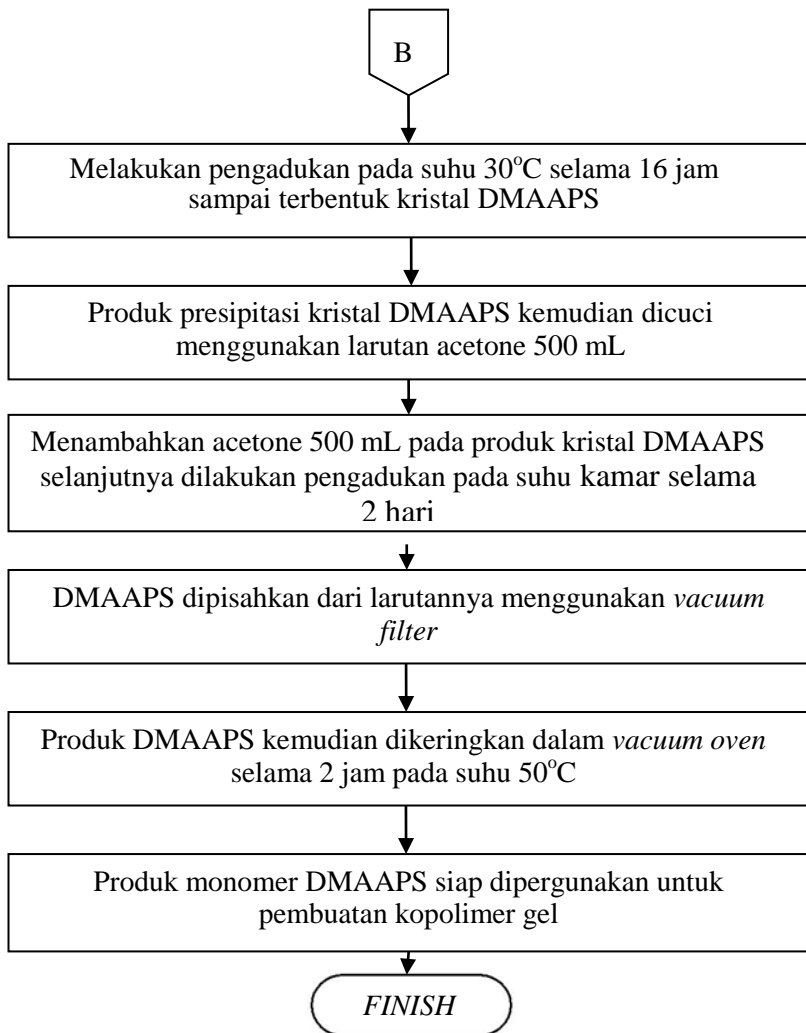
2. Pembuatan monomer NIPAM



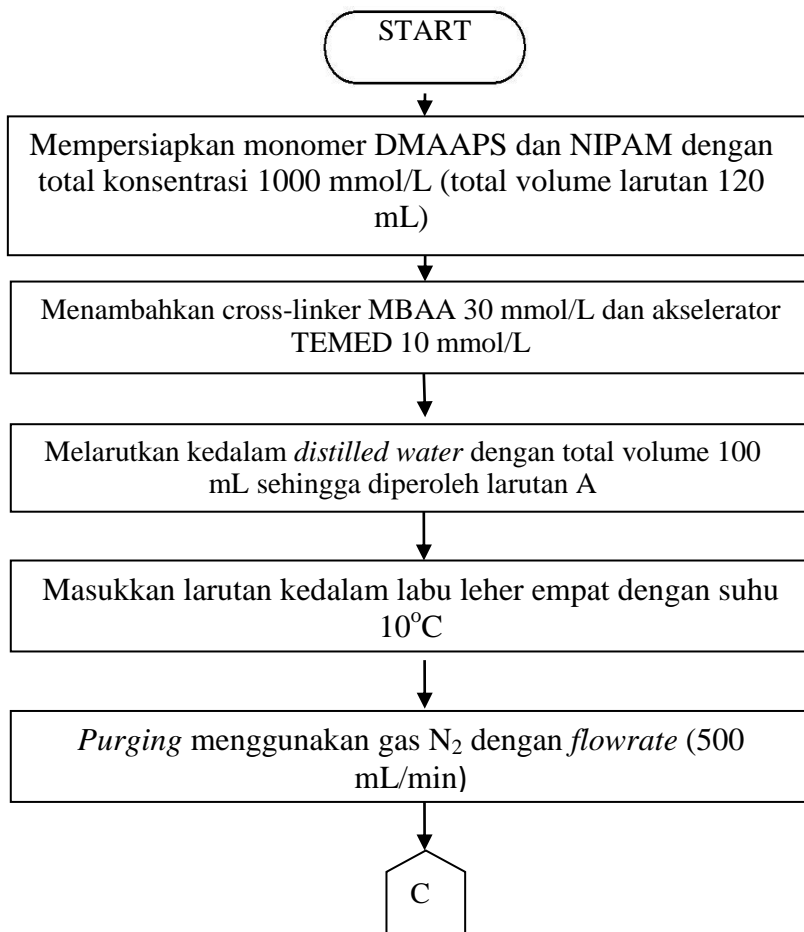


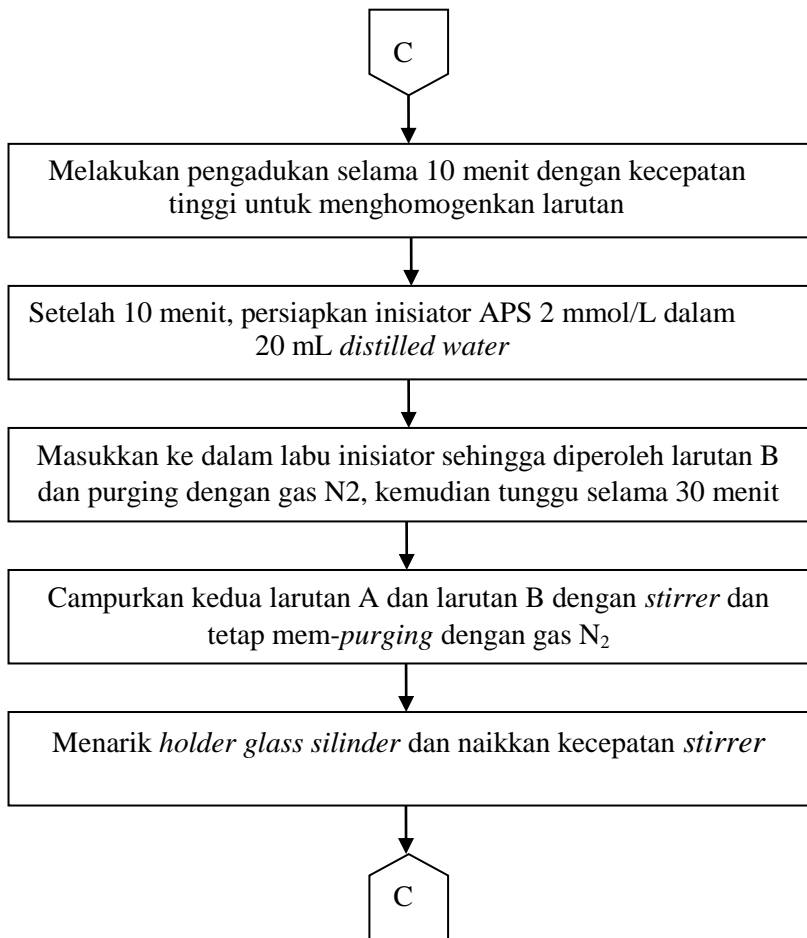
3. Pembuatan monomer DMAAPS

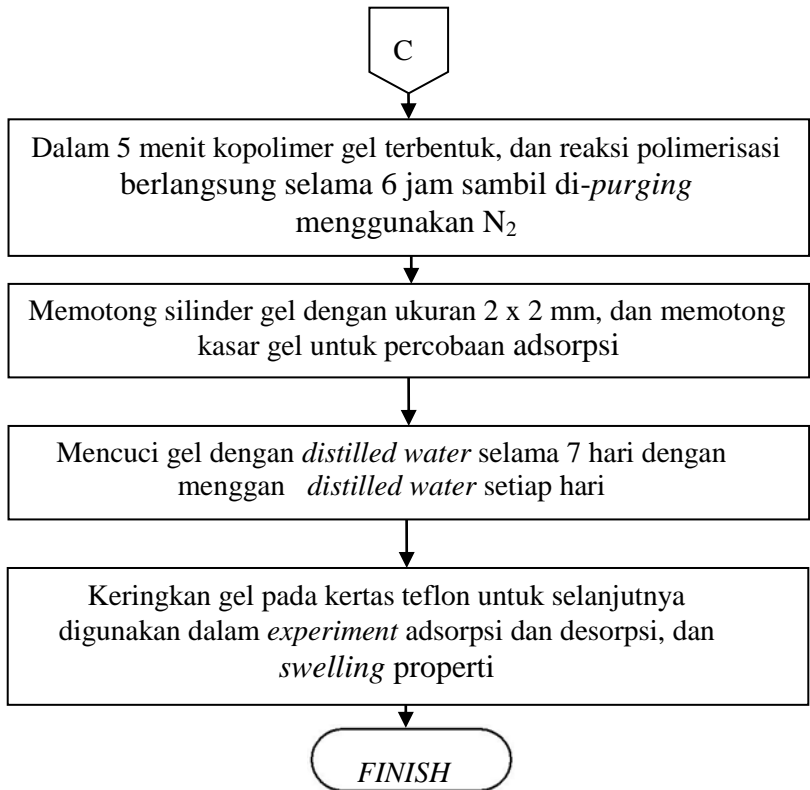




4. Pembuatan kopolimer gel NIPAM-co-DMAAPS







Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Salah satu karakteristik yang unik dari *zwitterionic betaine* adalah kemampuan fragmen untuk membentuk konformasi siklik dari grup kationik dan anionik pada residu monomer (*intra-group*), grup kationik dan anionik yang berkontak dengan makromolekul (*intra-group*) dan susunan *head-to-tail* dalam makromolekul tunggal (*intra-chain*), yang menghasilkan *zwitterionic betaine* yang tidak larut dalam air murni. Kopolimer gel yang terdiri dari *zwitterionic betaine* dan *thermosensitive* polimer akan dimanfaatkan sebagai adsorben yang memiliki sifat unggul dalam mengadsorp dan meregenerasi ion pada limbah logam berat. Dalam penelitian ini agen *thermosensitive* yang digunakan adalah *N-isopropylacrylamide* (NIPAM) dan agen pengadsorb ion *N,N'-dimethyl(acrylamidopropyl)ammonium propane sulfonate* (DMAAPS). Pembuatan NIPAM-co-DMAAPS gel dilakukan melalui dua tahap, yaitu tahap pemurnian bahan dan pembuatan kopolimer. Untuk tahap pemurnian bahan meliputi pemurnian NIPAM serta DMAPAA yang dilanjutkan dengan pembuatan monomer DMAAPS melalui reaksi pembukaan rantai (*ring opening*) melekul 1,3-Propanesultone (PS) dan *N,N'*-Dimethyl-aminopropylacrylamide (DMAPAA). Monomer DMAAPS ini kemudian dikopolimerkan dengan NIPAM melalui polimerisasi radikal bebas.

NIPAM dan DMAAPS merupakan *thermosensitive* gel. Poly(NIPAM) mempunyai suhu transisi yang disebut LCST (*Lower Critictical Solution Temperature*) pada suhu 32°C. NIPAM gel pada suhu di bawah 32°C akan mengalami *swelling*. Dan sebaliknya, ketika berada di atas suhu 32°C akan mengalami *shrinking* (Hirokawa dkk, 1984). Sementara poly(DMAAPS) memiliki suhu transisi UCST (*Upper Critical Solution Temperature*) yang nilainya tergantung pada konsentrasi

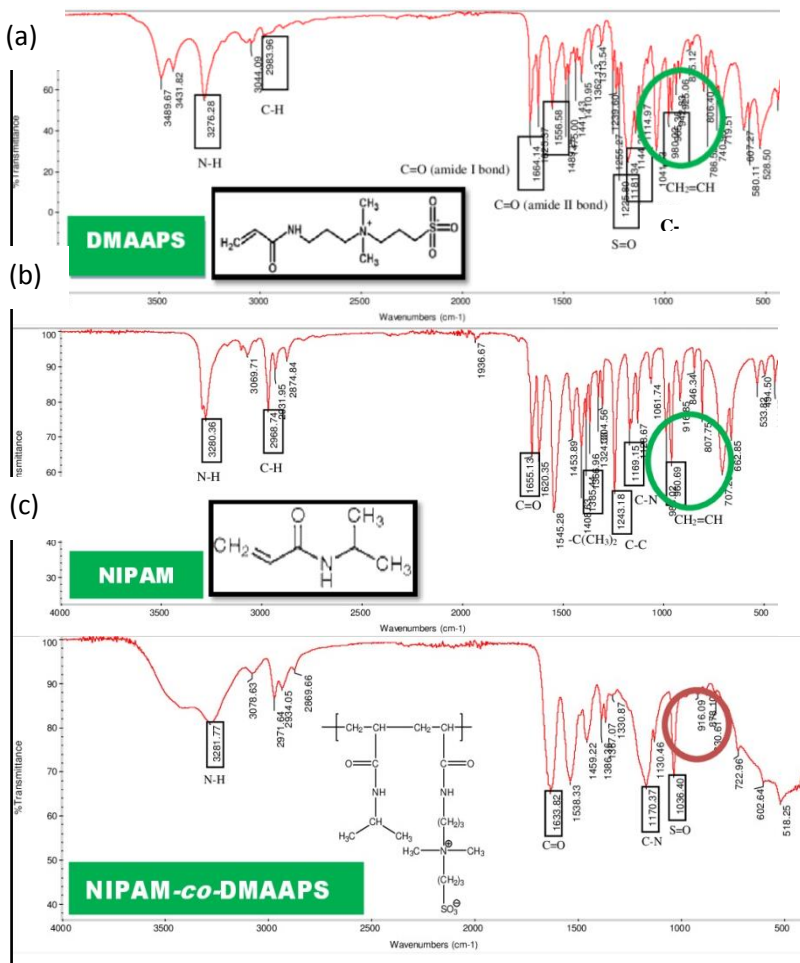
monomer, polimer, larutan dan jenis ionnya. Poly(DMAAPS) juga tidak larut di dalam air di bawah suhu UCST, tetapi akan larut di atas suhu UCST nya (Salamone dkk, 1978). Pada penelitian ini, tahap sintesa kopolimer gel dilakukan pada suhu 15 °C dibawah suhu LCST dari NIPAM (32 °C) yang bertujuan untuk mempermudah *solubility* monomer kedalam pelarutnya yaitu air. Selain itu, berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Ning, dkk (2013), poly(NIPAM-*co*-DMAAPS) dengan komposisi monomer 1:9 memiliki suhu UCST sekitar 10°C sehingga sintesa harus dilakukan diatas suhu tersebut.

Analisa yang dilakukan pada penelitian ini antara lain FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) untuk mengetahui keberadaan gugus-gugus fungsi dari masing-masing monomer dan kopolimer gel, uji *swelling degree*, serta AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*) untuk mengetahui besarnya daya adsorpsi dan desorpsi ion didalam larutan pada kopolimer gel. Larutan yang digunakan dalam uji *swelling*, adsorpsi dan desorpsi adalah $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan konsentrasi larutan 10 mmol/L. Uji *swelling* dilakukan dengan mengukur diameter silinder gel yang telah dimasukkan dalam larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ selama 15 jam dan membandingkannya dengan diameter gel kering yang telah diukur sebelumnya. Dalam pengukuran *swelling degree* suhu larutan yang digunakan adalah 10 °C, 30 °C, 50 °C dan 70 °C. Dalam proses ini gel akan mengembang (*swell*) dan mencapai *equilibrium swelling*. Sedangkan untuk uji adsorpsi dilakukan dengan menambahkan satu gram produk kopolimer gel ke dalam gelas sampel yang berisi 20 ml larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi larutan 10 mmol/L. Kemudian gelas sampel tersebut diletakkan ke dalam *waterbath* pada suhu yang telah ditentukan dan disertai dengan pengadukan selama 15 jam untuk mencapai *equilibrium* adsorpsi. Untuk mengetahui konsentrasi akhir dari ion yang teradsorpsi oleh kopolimer gel, gel dipisahkan dari larutannya dengan *centrifuge* dan di difiltrasi dengan *syringe filter*. Larutan ini kemudian dianalisa dengan menggunakan AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*) untuk

mengetahui besarnya konsentrasi ion yang teradsorpsi oleh kopolimer gel. Untuk proses desorpsi dilakukan dengan memasukkan gel hasil adsorpsi yang telah dikeringkan kembali ke dalam larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ selama 15 jam pada suhu tertentu. Setelah 15 jam larutan dipisahkan kembali dengan kopolimer gel kemudian menganalisanya dengan AAS untuk mengetahui konsentrasi yang terdesorpsi. Suhu yang digunakan dalam uji adsorpsi/desorpsi yaitu 10°C , 30°C , 50°C , dan 70°C .

IV.1 Analisa *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Spektroskopi Infra Merah (IR) adalah jenis spektroskopi yang didasarkan pada vibrasi dari suatu molekul. Spektroskopi ini merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang $0,75 - 1000 \mu\text{m}$ atau pada bilangan gelombang $13000-10 \text{ cm}^{-1}$. Satuan cm^{-1} dikenal sebagai wavenumber ($1/\text{wavelength}$) yang merupakan ukuran unit untuk frekuensi. Prinsip kerja dari spektrofotometer infra merah dengan interaksi energi dengan suatu materi. Analisa ini dilakukan untuk mengetahui adanya gugus-gugus fungsi penyusun monomer NIPAM dan DMAAPS, juga NIPAM-*co*-DMAAPS gel. Analisa ini digunakan daerah radiasi infra merah tengah dari panjang gelombang 4000 cm^{-1} sampai 500 cm^{-1}



Gambar IV.1.1 Spektrum infra merah: **(a)** *N,N'*-dimethyl(acrylamidopropyl)ammonium propane sulfonate (DMAAPS); **(b)** *N*-isopropylacrylamide (NIPAM); **(c)** NIPAM-*co*-DMAAPS gel.

a. Uji *FTIR* pada DMAAPS

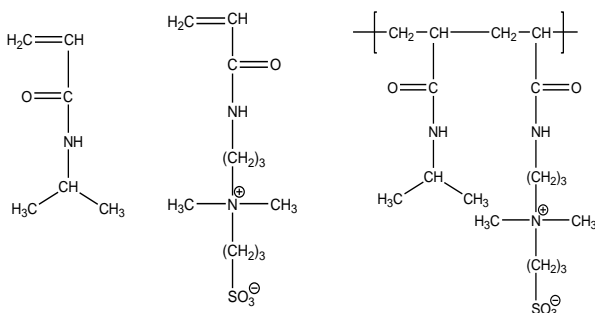
Monomer DMAAPS disintesa dengan mereaksikan antara *N,N*-dimethylaminopropylacrylamide (DMAAPAA) yang telah dimurnikan sebelumnya dengan distilasi vakum, dan acetonitril serta 1,3-propane sultone (PS) yang disertai dengan pengadukan selama 16 jam. **Gambar IV.1.1 (a)** menunjukkan hasil analisa *FTIR* dari DMAAPS. Pada panjang gelombang $3276,28\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan N–H. Ikatan C–H ditunjukkan pada panjang gelombang infra merah sebesar $2983,96\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan pada panjang gelombang $1664,14\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan C=O. Ikatan S=O ditunjukkan pada panjang gelombang sebesar $1225,80\text{ cm}^{-1}$. Panjang gelombang sebesar $1181,34\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan C–N. Ikatan vinil ($\text{CH}_2=\text{CH}$) dapat dilihat pada panjang gelombang $980,03\text{ cm}^{-1}$. Gugus ini sesuai dengan ikatan penyusun dari DMAAPS yang terlihat pada **Gambar IV.1.2**.

b. Uji *FTIR* pada NIPAM

Hasil analisa *N*-isopropylacrylamide (NIPAM) dari pemurnian NIPAM dengan menggunakan metode rekristalisasi (Klaus Tauer, 2009). NIPAM memiliki ikatan N–H, C–H, C=O, $-\text{C}(\text{CH}_3)_2$, $\text{CH}_2=\text{CH}$, C–C, dan C–N yang jelas terlihat pada **Gambar IV.1.2**. Pada panjang gelombang $3280,36\text{ cm}^{-1}$ menunjukan ikatan N–H. Ikatan C–H ditunjukkan pada daerah panjang gelombang $2968,74\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan pada panjang gelombang $1655,13\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan ikatan C=O. Ikatan $-\text{C}(\text{CH}_3)_2$ terlihat pada panjang gelombang $1385,44\text{ cm}^{-1}$. Pada panjang gelombang $1243,18\text{ cm}^{-1}$ terdapat ikatan C–C. Untuk ikatan C–N dapat dilihat pada panjang gelombang $1169,15\text{ cm}^{-1}$. Dan pada panjang gelombang $960,69\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan vinil ($\text{CH}_2=\text{CH}$).

c. **Uji FTIR pada NIPAM-co-DMAAPS gel**

NIPAM-co-DMAAPS gel terbentuk melalui reaksi polimerisasi radikal bebas. **Gambar IV.1.1 (c)** menunjukkan hasil analisa spektrofotometri sinar infra merah dari NIPAM-co-DMAAPS gel. Ikatan N-H ditunjukkan pada panjang gelombang $3281,77\text{ cm}^{-1}$. Pada panjang gelombang mencapai titik $1633,82\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan C=O. Ikatan C-N bisa dilihat pada panjang gelombang $1170,37\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan ikatan S=O ditunjukkan pada panjang gelombang $1330,87\text{ cm}^{-1}$. Gugus ini juga sesuai dengan ikatan penyusun dari kopolimer yang terlihat pada **Gambar IV.1.2**.



Gambar IV.1.2 Reaksi pembentukan NIPAM-co-DMAAPS Gel

Perbedaan gugus fungsi masing-masing penyusun monomer maupun kopolimer gel terlihat pada keberadaan gugus vinil $\text{CH}_2=\text{CH}$ yang akan menentukan keberhasilan dari reaksi kopolimer tersebut. Ikatan vinil ($\text{CH}_2=\text{CH}$) terletak pada rentang panjang gelombang antara 950 sampai 1000 cm^{-1} (Joseph dkk, 1987). Pada NIPAM ikatan vinil ($\text{CH}_2=\text{CH}$) terlihat pada panjang gelombang $960,69\text{ cm}^{-1}$ (**Gambar IV.1.1 (b)**). Pada DMAAPS, ikatan vinil ($\text{CH}_2=\text{CH}$) juga terlihat pada panjang gelombang $980,03\text{ cm}^{-1}$ (**Gambar IV.1.1 (a)**). Namun pada hasil analisa FTIR dari NIPAM-co-DMAAPS gel (**Gambar IV.1.1 (c)**) tidak terdapat *peak* yang menunjukkan ikatan $\text{CH}_2=\text{CH}$. Hal ini mengindikasikan keberhasilan reaksi kopolimerisasi antara

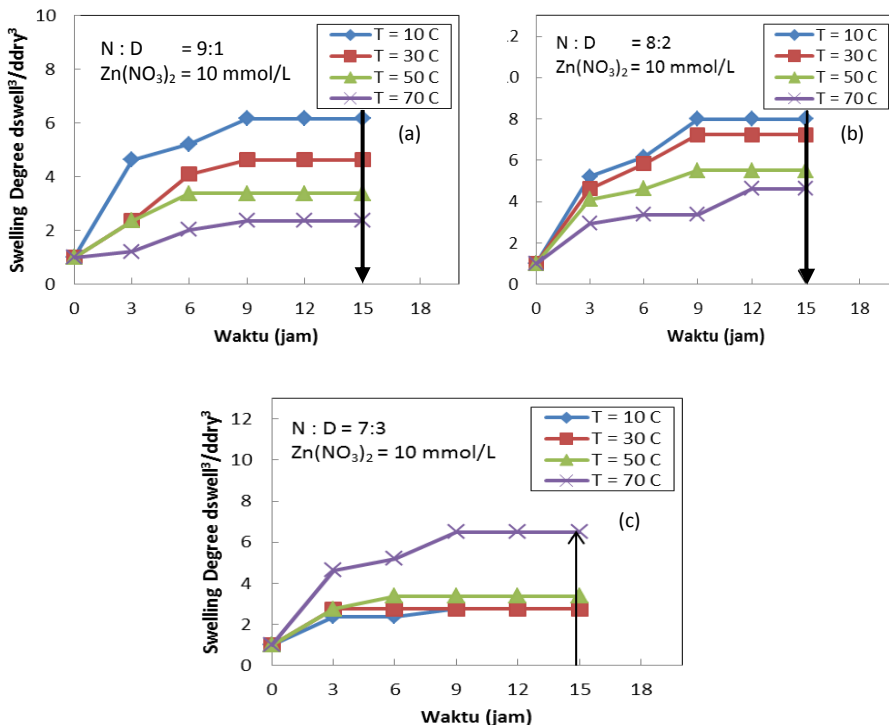
NIPAM dan DMAAPS dalam membentuk NIPAM-*co*-DMAAPS gel.

IV.2 Analisa *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS)

Analisa AAS merupakan jenis analisa spektrofotometri dengan dasar pengukurannya adalah banyaknya serapan suatu sinar oleh suatu atom, dimana sinar yang tidak diserap akan diteruskan dan diubah menjadi sinyal listrik yang terukur. Absorpsi (serapan) atom proses penyerapan bagian sinar oleh atom – atom bebas pada panjang gelombang (λ) tertentu dari atom sendiri sehingga konsentrasi suatu logam dapat ditentukan. Karena absorbansi sebanding dengan konsentrasi suatu analit, maka metode ini dapat digunakan untuk sistem pengukuran atau analisa kuantitatif pada logam – logam dengan konsentrasi rendah.

IV.3 Swelling Degree NIPAM-co-DMAAPS Gel

IV.3.1. Pengaruh Waktu Terhadap Swelling Degree



Gambar IV.3.1 Pengaruh waktu terhadap *swelling degree* NIPAM-co-DMAAPS gel pada berbagai suhu 10 °C, 30 °C, 50 °C dan 70 °C dan dengan berbagai konsentrasi N:D adalah (a) N:D = 9:1 (b) N:D = 8:21 (c) N:D = 7:3 dalam 10 mmol/L larutan $Zn(NO_3)_2$

Swelling degree atau juga disebut dengan *volumetric swelling* merupakan hasil perbandingan/rasio fraksi volume gel sesudah dan sebelum *swelling*. Dalam penelitian ini menggunakan berbagai perbandingan konsentrasi NIPAM (N) dan DMAAPS (D) yaitu 1:9, 8:2, dan 7:3 dengan total mol

campuran 1000 mmol/L . Perbandingan N:D menggunakan perbandingan mol. **Gambar IV.3.1 (a) - (c)** adalah grafik hubungan antara waktu *swelling* dengan besarnya *swelling degree* dalam rentang 0 – 15 jam dari NIPAM-co-DMAAPS gel dengan berbagai suhu 10 °C, 30 °C, 50 °C dan 70°C dan berbagai konsentrasi N:D. Grafik ini bertujuan untuk mengetahui waktu NIPAM-co-DMAAPS gel mencapai *equilibrium swelling* di dalam larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$. Pada **Gambar IV.3.1 (a)** dan **(b)** pada konsentrasi NIPAM: DMAAPAS 9:1 dan 8:2 menunjukkan peningkatan yang signifikan pada 0 – 9 jam pada semua suhu, selanjutnya 9 – 15 jam *swelling degree* gel mencapai nilai yang konstan (*equilibrium swelling*). Sehingga dari hal tersebut menunjukkan dengan semakin naiknya suhu kemampuan *swelling degree* semakin menurun yang dibuktikan pada suhu 70 °C hasil *swelling degree* lebih kecil dibanding suhu 10 °C.

Sedangkan untuk **Gambar IV.3.1 (c)** pada konsentrasi NIPAM: DMAAPAS 7:3 menunjukkan untuk suhu 70 °C meningkat secara signifikan pada 0 – 3 jam pertama kemudian meningkat perlahan pada waktu 3 – 9 jam dan 9 – 15 jam mencapai nilai yang konstan. Sedangkan suhu 10 °C – 50 °C meningkat signifikan pada 0 – 3 jam pertama selanjutnya 3 – 15 jam mencapai nilai yang konstan. Didapatkan hasil *swelling degree* yang semakin meningkat seiring dengan kenaikan suhu dan hasil terbesar pada suhu 70 °C dibanding suhu 10 °C.

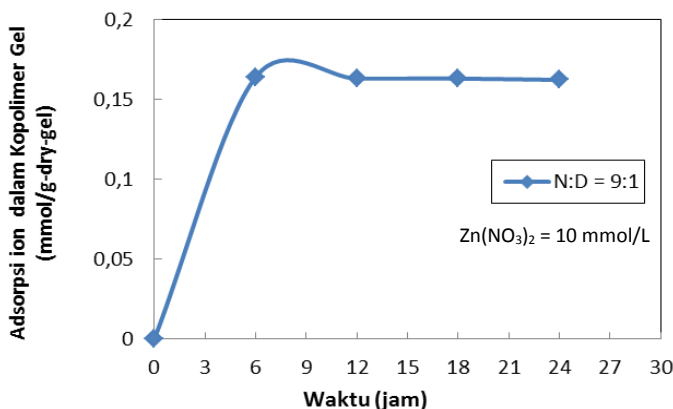
Sehingga hasil ini mengarah pada kesimpulan bahwa 12 jam ke atas adalah waktu kontak yang cukup untuk mencapai *equilibrium swelling* dan selanjutnya digunakan untuk menyelidiki jumlah ion yang teradsorb pada NIPAM-co-DMAAPS gel.

IV.4 Uji Adsorpsi/Desorpsi NIPAM-co-DMAAPS Gel

Adsorpsi dapat didefinisikan sebagai suatu pengikat reversible Adsorpsi dapat didefinisikan sebagai suatu pengikat reversibel molekul dan atom dari fase gas dan cairan pada permukaan, media adsorben yang sangat berpori. Sedangkan

proses yang sebaliknya biasa disebut dengan desorpsi. Dalam adsorpsi, daya serap terakumulasi pada adsorben yang kemudian dimuat dengan adsorbat (Ullmann, 2005).

Pada penelitian adsorpsi dan desorpsi ini menggunakan *crush gel* dengan kisaran ukuran $\geq 90 \mu\text{m}$. Uji adsorpsi dilakukan dengan menggunakan larutan nitrat sebesar 10 mmol/L dimana pada penelitian sebelumnya (Dewitasari dan Mulyadi, 2015) didapatkan nilai adsorpsi dan desorpsi yang optimal pada konsentrasi tersebut. Sedangkan untuk uji desorpsi dilakukan dengan menggunakan gel hasil adsorpsi dan dilakukan dengan metode yang sama dengan adsorpsi.



Gambar IV.4.1 Pengaruh waktu terhadap adsorpsi kopolimer gel dengan variasi waktu 6, 12, 18, dan 24 jam pada N:D = 9:1 dalam larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 = 10 \text{ mmol/L}$

Gambar IV.4.1 adalah grafik hubungan antar waktu adsorpsi kopolimer gel dengan besarnya jumlah adsorpsi ion Zn^{2+} pada larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dalam rentang waktu 0 – 24 jam. Grafik ini bertujuan mengetahui waktu NIPAM-co-DMAAPS gel dalam mencapai equilibrium adsorpsi di dalam larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$. Pada 6 jam pertama jumlah ion Zn^{2+} yang teradsorpsi meningkat secara signifikan, kemudian 6 – 12 jam sedikit mengalami penurunan selanjutnya konstan. Hal ini dikarenakan, pada waktu 6 jam

pertama kopolimer gel memiliki ikatan *inter-*, *intra group*, dan *inter-chain* pada *charger group sulfobetaine* yang kuat sehingga daya adsorpsi kopolimer gel tinggi, tetapi dengan semakin meningkatnya waktu maka ikatan kopolimer gel dalam mengadsorpsi mencapai titik jenuh sehingga menjadi stabil karena tidak dapat mengadsorpsi kembali. Dari hasil diatas ditentukan waktu untuk kopolimer gel dalam mencapai *equilibrium* adsorpsi yaitu diatas 12 jam yang nanti akan digunakan pada eksperimen selanjutnya.

Tabel IV.1 Perhitungan % adsorpsi pada konsentrasi monomer 9:1 dengan konsentrasi larutan nitrat sebesar 10 mmol/L dalam berbagai suhu.

Suhu (°C)	Zn(NO ₃) ₂		Pb(NO ₃) ₂	
	Co - C	% Adsorpsi	Co - C	% Adsorpsi
	mmol/L	(mmol/ g gel)	mmol/L	(mmol/ g gel)
10	8,16	22,16	9,69	26,24
30	8,13	22,09	9,66	26,19
50	8,10	21,85	9,65	26,04
70	7,91	21,36	9,60	25,99

Tabel IV.2 Perhitungan % adsorpsi pada konsentrasi monomer 8:2 dengan konsentrasi larutan nitrat sebesar 10 mmol/L dalam berbagai suhu.

Suhu (°C)	Zn(NO ₃) ₂		Pb(NO ₃) ₂	
	Co - C	% Adsorpsi	Co - C	% Adsorpsi
	mmol/L	(mmol/ g gel)	mmol/L	(mmol/ g gel)
10	8,23	12,50	9,78	14,80
30	8,20	12,44	9,72	14,74
50	8,12	12,29	9,69	14,65
70	7,91	11,98	9,66	14,59

Tabel IV.3 Perhitungan % adsorpsi pada konsentrasi monomer 7:3 dengan konsentrasi larutan nitrat sebesar 10 mmol/L dalam berbagai suhu.

Suhu (°C)	Zn(NO ₃) ₂		Pb(NO ₃) ₂	
	Co - C	% Adsorpsi	Co - C	% Adsorpsi
	mmol/L	(mmol/ g gel)	mmol/L	(mmol/ g gel)
10	8,20	9,14	9,70	10,83
30	8,15	9,10	9,69	10,80
50	8,11	9,05	9,65	10,77
70	7,89	8,80	9,64	10,76

Berdasarkan **Tabel IV.1** sampai dengan **Tabel IV.3** pada tabel selisih konsentrasi awal dengan konsentrasi akhir adalah perubahan konsentrasi sebelum dan sesudah adsorpsi dan tabel (% Adsorpsi) adalah kemampuan gel dalam menyerap ion yang dibandingkan dengan maksimum kapasitas dari *charge-grup* yang tersedia dalam gel.

Dari tabel selisih konsentrasi awal dan konsentrasi akhir tersebut menunjukkan konsentrasi setelah adsorpsi lebih kecil jika dibandingkan dengan pada konsentrasi awal larutan. Hal ini menunjukkan jika ion dalam larutan telah terikat pada *charged group* di dalam kopolimer gel. Jika dilihat pada tabel

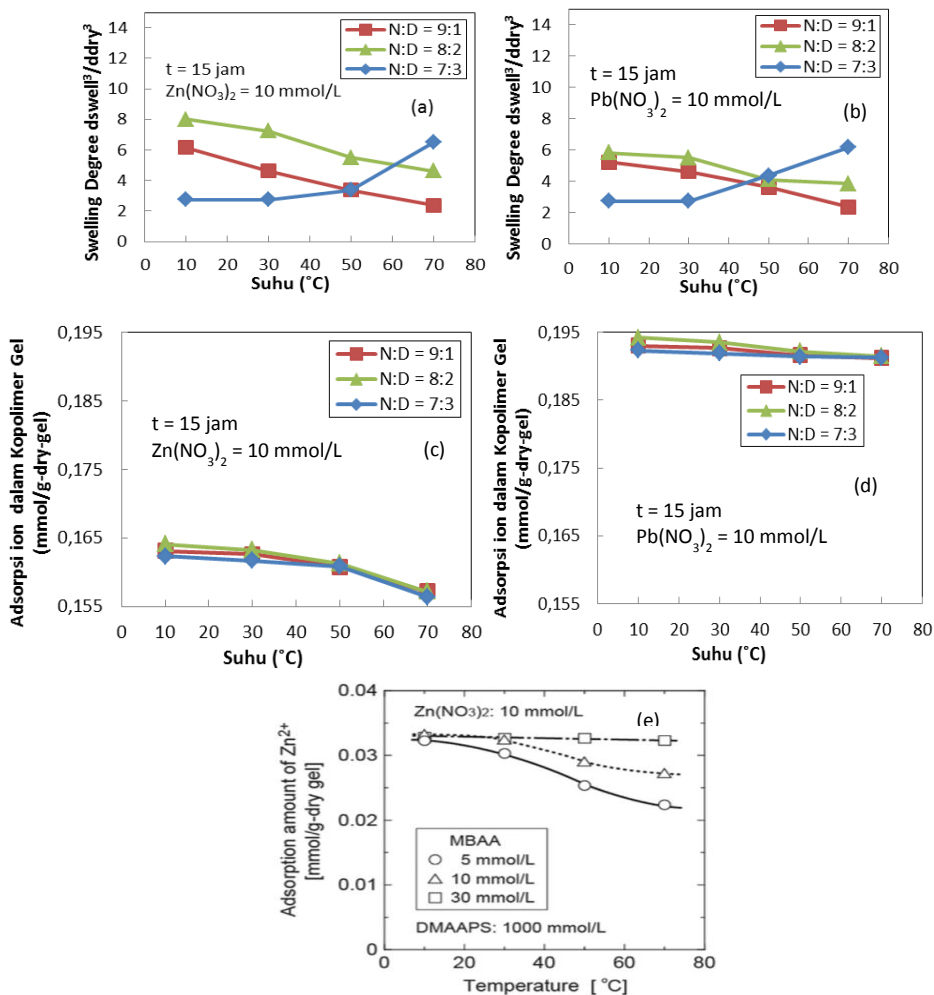
menunjukkan bahwa pada berbagai konsentrasi dengan semakin meningkatnya suhu kemampuan teradsorpsi cenderung menurun dan mencapai nilai optimal pada suhu 10 °C yaitu sebesar 8,23 mmol/L pada N:D = 8:2 dalam larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan pada suhu 10 °C sebesar 9,78 mmol/L pada N:D = 8:2 dalam larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$.

Selanjutnya jika dilihat dari % adsorpsi yang menunjukkan kemampuan gel dalam menyerap ion yang dibandingkan dengan maksimum kapasitas dari *charge-grup* yang tersedia dalam gel tersebut didapatkan nilai optimal pada suhu 10 °C yaitu sebesar 22,16 % pada N:D = 9:1 dalam larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan pada suhu 10 °C sebesar 26,24 % pada N:D = 9:1 dalam larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$.

Jika dilihat pada tabel dengan konsentrasi monomer DMAAPS yang besar ternyata menghasilkan kemampuan adsorpsi yang semakin kecil. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi NIPAM mempengaruhi interaksi, jadi dengan memperbesar konsentrasi monomer DMAAPS tidak selalu diikuti kemampuan gel dalam mengikat ion. Hal ini dikarenakan mekanisme reaksi yang acak dimana NIPAM dipengaruhi oleh DMAAPS begitupun sebaliknya. Jadi perbedaan konsentrasi monomer bukan sebagai acuan dalam menentukan kapasitas adsorpsi dalam *charge-grup* yang tersedia dalam gel.

Hal ini dapat dilihat pada persentase adsorpsi pada perbandingan N:D 9:1 pada suhu 10 °C yaitu sebesar 26,24% tetapi pada perbandingan N:D 7:3 pada suhu 10 °C persentase adsorpsi menurun sebesar 10,83%.

IV.5 Hubungan *Swelling Degree* dan Adsorpsi Kopolimer Gel pada Berbagai Suhu



Gambar IV.5.1 (a) Pengaruh suhu terhadap *swelling degree* NIPAM-co-DMAAPS gel dengan berbagai konsentrasi monomer NIPAM dan

DMAAPS dalam 10 mmol/L pada waktu 15 jam dalam larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ **(b)** $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ **(c)** pengaruh suhu terhadap Adsorpsi ion dalam NIPAM-co-DMAAPS gel pada larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 = 10 \text{ mmol/L}$ **(d)** $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2 = 10 \text{ mmol/L}$ **(e)** menunjukkan pengaruh suhu terhadap Adsorpsi Zn^{2+} dalam DMAAPS gel (Ningrum, 2014) dengan variasi konsentrasi MBAA (*cross-linker*).

Dari **Gambar IV.5.1 (a) – (b)** terlihat bahwa *swelling degree* dari NIPAM-co-DMAAPS gel perbandingan NIPAM:DMAAPS 9:1 dan 8:2 baik dalam larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ maupun $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ cenderung mengalami penurunan seiring dengan meningkatnya suhu. Terlihat bahwa nilai terbesar *swelling degree* kopolimer pada 10 °C dan nilai *swelling degree* terendah pada 70 °C.

Dari **Gambar IV.5.1 (c) – (d)** menunjukkan efek dari berbagi suhu pada jumlah Zn^{2+} dan Pb^{2+} yang teradsorb dalam NIPAM-co-DMAAPS gel. Jika dikorelasikan hubungan antara **Gambar IV.5.1 (a) – (b)** dengan **Gambar IV.5.1 (c) – (d)** pada perbandingan NIPAM:DMAAPS 9:1 dan 8:2 menunjukkan bahwa dengan semakin naiknya suhu maka kemampuan adsorpsi ion Zn^{2+} dan Pb^{2+} dalam NIPAM-co-DMAAPS gel semakin berkurang. Penurunan terbesar pada larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ terjadi pada kisaran suhu 50 °C – 70 °C sedangkan pada $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pada kisaran suhu 30 °C – 70 °C. Fenomena ini dapat dijelaskan sebagai berikut. Pada suhu rendah, interaksi didominasi oleh *intra-group* pasangan ionik SO_3^- dan N^+ membentuk *intra-group* pasangan ionik yang cukup kuat dalam larutan nitrat, tetapi hanya sebagian dari *charge-group* yang berinteraksi dengan kation dan anion dalam larutan. Dengan kata lain jumlah ion yang teradsorpsi oleh NIPAM-co-DMAAPS gel terbatas yang terlihat pada tabel **Tabel IV.1** dimana kemampuan gel dalam menyerap ion yang dibandingkan dengan maksimum kapasitas dari *charged-group* yang tersedia dalam gel tersebut didapatkan nilai optimal sebesar 26,24 % pada N:D = 9:1 dalam larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dan 22,16 % larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$. Seiring kenaikan suhu kemampuan adsorpsi ion Zn^{2+} dan Pb^{2+} menurun dikarenakan

sifat *thermosensitive* NIPAM yang memiliki kemampuan *shrinking* pada suhu tinggi, dimana pada suhu tinggi NIPAM akan mendesak interaksi ikatan antara Zn^{2+} dan NO_3^- dengan *charged-group* (N^+ dan SO_3^-) dalam kopolimer gel dan *thermal motion* juga melemahkan ikatan tersebut yang menyebabkan kemampuan adsorpsi menurun begitupun dengan *swelling degree* nya.

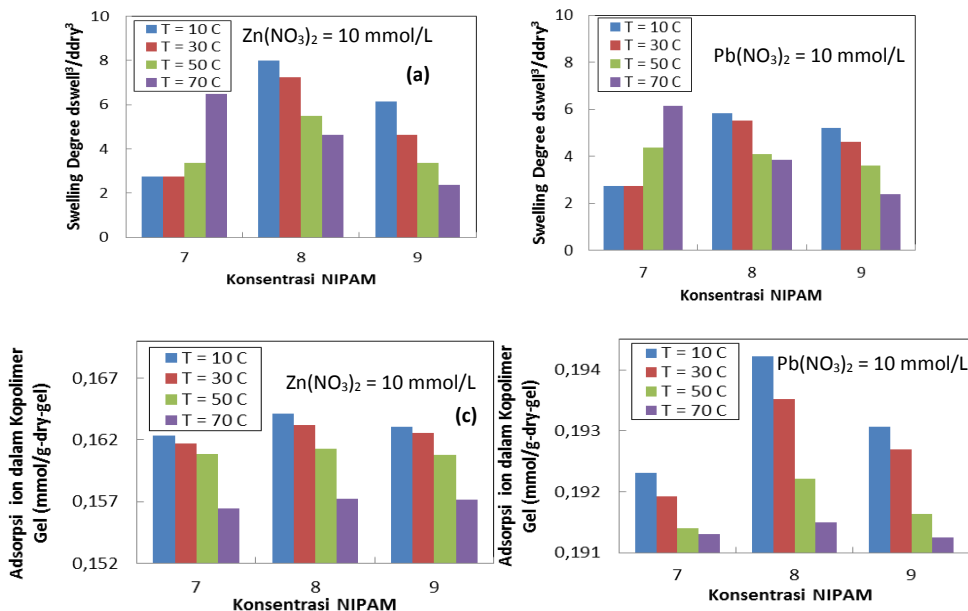
Fenomena menarik ditemukan pada perbandingan NIPAM:DMAAPS 7:3 terlihat dari **Gambar IV.5.1 (a) – (b)** dimana terlihat bahwa *swelling degree* dari NIPAM-co-DMAAPS gel meningkat seiring dengan meningkatnya suhu pada larutan nitrat yang terlihat pada suhu 50°C hingga 70 °C mengalami kenaikan. Jika dikorelasikan dengan **Gambar IV.5.1 (c) – (d)** didapatkan hasil yang berbanding terbalik dengan **Gambar IV.5.1 (a) – (b)** dimana pada perbandingan NIPAM:DMAAPS 7:3. menunjukkan bahwa dengan semakin naiknya suhu maka kemampuan adsorpsi ion Zn^{2+} dan Pb^{2+} dalam NIPAM-co-DMAAPS gel semakin berkurang. Hal ini menunjukkan bahwa analisa *swelling degree* tidak memiliki hubungan yang signifikan terhadap analisa adsorpsi. Fenomena ini dapat dijelaskan sebagai berikut, pada **Gambar IV.5.1 (a) – (b)**

swelling degree mengalami kenaikan karena semakin naiknya suhu *polymer networking* semakin berkembang namun gel tersebut *swelling* bukan disebabkan dengan adsorpsi ion logam yang tinggi melainkan hanya penyerapan air gel yang tinggi sehingga menyebabkan gel mengalami *swelling*. Hal ini dibuktikan dengan analisa adsorpsi yang semakin menurun pada **Gambar IV.5.1 (c) – (d)** dikarenakan pada suhu tinggi *thermal motion* melemahkan ikatan berpasangan Pb^+ dari larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ serta Zn^+ dan NO_3^- dari larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dengan *charge-group* (N^+ dan SO_3^-) pada NIPAM-co-DMAAPS gel. Dengan melemahnya ikatan tersebut kemampuan adsorpsi menurun..

Sedangkan jika dilihat dari **Gambar IV.5.1 (c) – (d)** dengan **Gambar IV.5.1 (e)** didapatkan bahwa dengan menggunakan 100 mmol/L DMAAPS dibandingkan dengan daya

adsorpsi dari 1000 mmol/L DMAAPS gel daya adsorpsi kopolimer gel meningkat mencapai lebih dari 5 kali lipat. Hal ini dikarenakan melemahnya ikatan *intra-chain* akibat semakin jauhnya jarak antara *repeating unit* dengan adanya NIPAM. Sementara pada DMAAPS gel lebih cenderung membentuk ikatan baik *inter-*, *intra-chain* maupun *intra-group* yang lebih kuat. Sehingga pada kopolimer gel lebih mudah membentuk interaksi antara ion-ion dalam larutan nitrat dengan *charged group sulfobetaine* (N^+ dan SO_3^-) daripada DMAAPS gel. Hal ini menyebabkan kemampuan adsorpsi kopolimer gel dengan ion lebih besar dibandingkan dengan DMAAPS gel.

IV.6 Pengaruh Konsentrasi NIPAM Terhadap *Swelling Degree* dan Adsorpsi Kopolimer Gel



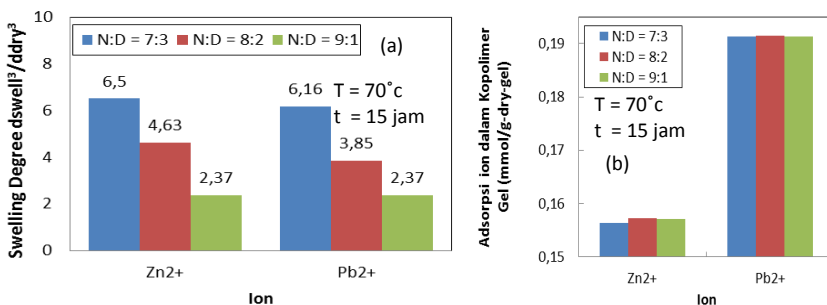
Gambar IV.6.1 (a) Pengaruh konsentrasi NIPAM terhadap *swelling degree* NIPAM-co-DMAAPS gel dengan berbagai konsentrasi monomer NIPAM:DMAAPS dalam 10 mmol/L larutan $Zn(NO_3)_2$ (b) $Pb(NO_3)_2$ (c) menunjukkan pengaruh konsentrasi NIPAM terhadap Adsorpsi ion Zn^{2+} dalam NIPAM-co-DMAAPS gel pada larutan $Zn(NO_3)_2 = 10 \text{ mmol/L}$ (d) ion Pb^{2+} dalam NIPAM-co-DMAAPS gel pada larutan $Pb(NO_3)_2 = 10 \text{ mmol/L}$

Dari **Gambar IV.6.1** (a) – (b) menunjukkan pengaruh konsentrasi monomer NIPAM terhadap *swelling degree* NIPAM-co-DMAAPS dari berbagai suhu. Jika dikorelasikan **IV.6.1** (c) – (d) menunjukkan *swelling degree* dan adsorpsi semakin turun dengan kenaikan suhu pada konsentrasi NIPAM yang tinggi yaitu 9 dan 8 pada larutan nitrat. Hal ini dikarenakan *Poly(N-*

isopropylacrylamide) [poly(NIPAM)] adalah salah satu contoh *thermosensitive* polimer dengan suhu *Low Critical Solution Temperature* (LCST) sekitar 32 °C dimana Poly(NIPAM) di dalam air akan mengalami *swelling* pada suhu rendah dan *shrinking* pada suhu tinggi karena transisinya ke sifat hidrofobik sehingga semakin banyak NIPAM pada NIPAM-co-DMAAPS gel maka semakin hidrofobik seiring dengan kenaikan suhu (Li dkk. 1989).

Akan tetapi pada konsentrasi monomer NIPAM yang rendah yaitu N:D = 7:3 *swelling degree* mengalami kenaikan signifikan pada larutan nitrat pada suhu 70 °C yang terlihat pada **Gambar IV.6.1 (a) – (b)**. Pada perbandingan N:D = 7:3 fenomena ini berbanding terbalik dengan teori dimana pada suhu dibawah suhu transisi (LCST) = 32 °C pada umumnya gel tersebut akan *swelling* dan diatas 32 °C gel tersebut akan *shrinking*. Hal ini dikarenakan kopolimer pada konsentrasi NIPAM 7 didominasi oleh DMAAPS, dimana *solubility* nya akan semakin meningkat seiring dengan kenaikan suhu. Tetapi dalam hal ini peningkatan *swelling degree* dikarenakan kemampuan penyerapan air yang tinggi pada gel tersebut bukan dikarenakan kuatnya ikatan yang kuat antra *charged-group* DMAAPS pada larutan logam. Hal ini dibuktikan pada hasil adsorpsi dimana kemampuan adsorpsi gel menurun dikarenakan pada suhu tinggi *thermal motion* melemahkan ikatan berpasangan Pb^{+} dari larutan $Pb(NO_3)_2$ serta Zn^{+} dan NO_3^{-} dari larutan $Zn(NO_3)_2$ dengan *charge-group* (N^{+} dan SO_3^{-}) pada NIPAM-co-DMAAPS gel. Dengan melemahnya ikatan tersebut kemampuan adsorpsi menurun.

IV.7 Pengaruh Ion Terhadap Swelling Degree dan Adsorpsi



Gambar IV.7.1 (a) menunjukkan pengaruh ion terhadap *swelling degree* kopolimer gel dalam 10 mmol/L larutan nitrat dengan variasi konsentrasi N:D pada suhu 10°C waktu *swelling degree* 15 jam. **(b)** menunjukkan pengaruh ion terhadap adsorpsi pada berbagai konsentrasi N:D pada suhu 10°C waktu *swelling degree* 15 jam.

Dari **Gambar IV.7.1 (a)** menunjukkan pengaruh ion terhadap *swelling degree* kopolimer gel dalam larutan nitrat. Urutan peningkatan *swelling degree* dari larutan logam adalah $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 > \text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, dan urutan kation dalam larutan tersebut, yaitu $\text{Zn}^{2+} > \text{Pb}^{2+}$ hal ini dapat dilihat dari perbedaan *swelling degree* terbesar pada konsentrasi N:D = 8:2 dimana pada larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ yaitu sebesar 4,63 dan pada larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ yaitu sebesar 3,85. Hal ini dapat dijelaskan dari deret kation *Hofmeister* :

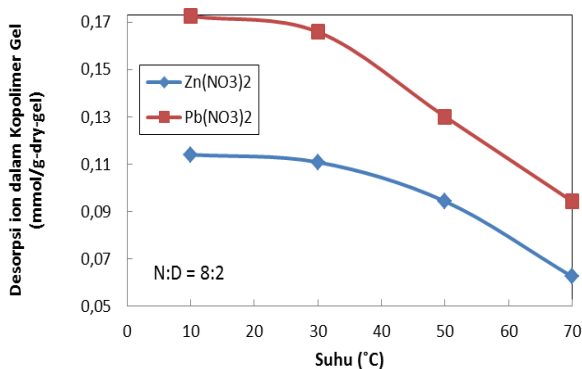


Spesies di sebelah kiri dari seri *Hofmeister* disebut sebagai kosmotropes atau "pembuat struktur-air". Spesies ini kecil dan sangat terhidrasi. Sebaliknya, spesies di kanan dari seri *Hofmeister* disebut sebagai chaotropes; spesies ini besar dan kurang terhidrasi dan dikenal sebagai "pemecah struktur-air". Sehingga dari hal ini menunjukkan *swelling degree* dari larutan

logam adalah $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ lebih besar dari $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dikarenakan Zn^{2+} termasuk spesies kosmotropes yang dapat dilihat dari jari – jarinya yang berdekatan dengan jari - jari Mg^{2+} yaitu sebesar 72 pm, sedangkan Zn^{2+} sebesar 74 pm. Dikarenakan spesies kosmotropes mudah terhidrasi (menyerap air) hal inilah yang membuat *swelling degree* pada gel dalam larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ lebih besar dibanding $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$.

Apabila dikorelasikan dengan *swelling degree* dan adsorpsi maka dapat dilihat bahwa kemampuan mengadsorb $\text{Pb}^{2+} > \text{Zn}^{2+}$ berbanding terbalik dengan *swelling degree*. Hal ini dikarenakan ion Zn^{2+} mempunyai kemampuan hidrasi yang besar sehingga kemampuan ikatannya dengan ion logam semakin kecil. Apabila dibandingkan dengan Pb^{2+} dan Zn^{2+} maka dihasilkan jari – jari Pb^{2+} sebesar 119 pm jauh lebih besar dibanding dengan jari – jari Zn^{2+} sebesar 74 pm, sehingga logam Pb^{2+} lebih mudah menyerap ion dibanding Zn^{2+} .

IV.8 Pengaruh Suhu Terhadap Jumlah Ion yang Terdesorp pada Kopolimer Gel



Gambar IV.8.1 Pengaruh suhu terhadap desorpsi ion dalam NIPAM-co-DMAAPS gel

Tabel IV.4 Perhitungan % desorpsi pada konsentrasi monomer 8:2 dengan konsentrasi larutan nitrat sebesar 10 mmol/L dalam berbagai suhu.

Suhu (°C)	Zn(NO ₃) ₂		Pb(NO ₃) ₂	
	Cd - Co	% Desorpsi	Cd - Co	% Desorpsi
	mmol/L	(mmol/ g gel)	mmol/L	(mmol/ g gel)
10	5,70	8,69	8,63	13,15
30	5,54	8,44	8,29	12,64
50	4,71	7,18	6,50	9,91
70	3,12	4,76	4,71	7,18

Dalam penelitian ini untuk mengetahui kemampuan NIPAM-*co*- DMAAPS gel

gel dalam mendesorpsi ion dengan menggunakan gel dari hasil adsorpsi pada konsentrasi N:D = 8:2 dalam larutan nitrat dengan menggunakan variasi suhu untuk mengetahui fenomena yang terjadi pada saat desorpsi.

Dengan menggunakan perbandingan N:D = 8:2 kemampuan mendesorpsi lebih optimal dibandingkan dengan penelitian sebelumnya yang menggunakan perbandingan N:D = 2:8 Dewitasari dan Mulyadi (2016). Hal ini bisa dilihat pada **Gambar IV.8.1 dan Tabel IV.4**.

Pada **Tabel IV.4** menunjukkan konsentrasi setelah desorpsi meningkat jika dibandingkan dengan pada konsentrasi awal larutan. Namun jika dilihat pada tabel tersebut menunjukkan bahwa pada konsentrasi N:D = 8:2 dengan semakin meningkatnya suhu kemampuan terdesorpsi cenderung menurun dan mencapai nilai optimal pada suhu 10 °C yaitu sebesar 5,70 mmol/L pada N:D = 8:2 dalam larutan Zn(NO₃)₂ dan pada suhu 10 °C sebesar 8,63 mmol/L pada N:D = 8:2 dalam larutan Pb (NO₃)₂. Jika dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan Dewitasari dan Mulyadi (2016) didapatkan pada perbandingan konsentrasi N:D =

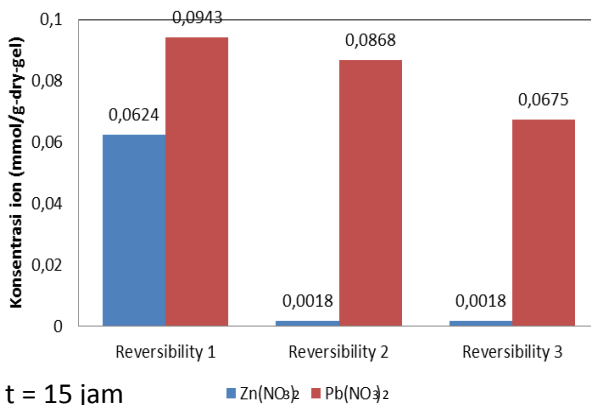
2:8 pada suhu 10 °C yaitu sebesar 0,039 mmol/L dalam larutan NaNO_3 .

Selanjutnya jika dilihat dari % adsorpsi yang menunjukkan kemampuan gel dalam melepas ion yang dibandingkan dengan maksimum kapasitas dari *charge-grup* yang tersedia dalam gel tersebut didapatkan nilai optimal pada suhu 10 °C yaitu sebesar 8,69 % pada N:D = 8:2 dalam larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan pada suhu 10 °C sebesar 13,15 % pada N:D = 8:2 dalam larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$. Jika dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan Dewitasari, dkk didapatkan pada perbandingan konsentrasi N:D = 2:8 pada suhu 10 °C yaitu sebesar 0,83 % dalam larutan NaNO_3 .

Sehingga dari sini membuktikan dengan perbandingan konsentrasi N:D = 8:2 menghasilkan nilai desorpsi yang jauh lebih besar dibanding dengan konsentrasi N:D = 2:8.

Namun jika dilihat dari hasil grafik untuk perbandingan N:D = 8:2 menghasilkan nilai desorpsi yang semakin menurun. Hal ini berbanding terbalik dengan teori dimana kemampuan mendesorpsi ion logam akan semakin meningkat seiring kenaikan suhu dikarenakan sifat *thermosensitive* NIPAM yang akan mengalami fase *shrinking* pada suhu tinggi yang mana NIPAM akan mendesak interaksi ikatan antara kation dan anion pada larutan logam dengan *charged-group* (N^+ dan SO_3^-) dalam kopolimer gel. Hal ini bisa dilihat dari % adsorpsi pada saat adsorpsi pada perbandingan N:D = 8:2 dimana pada larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ sebesar 12,50 % dan pada larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ sebesar 14,80 % sedangkan dari hasil % yang terdesorb pada larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ sebesar 8,69% dan pada larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ sebesar 13,15%. Dari data ini menunjukkan adanya ion logam yang terjebak pada kopolimer gel akibat dari kemampuan *shrinking* NIPAM yang tidak homogen pada kopolimer gel.

IV.9 Pengaruh *Reversibility* Terhadap Konsentrasi Ion



Gambar IV.9.1 merupakan kemampuan *reversibility* kopolimer gel pada konsentrasi N:D = 8:2 pada suhu 70 °C dalam larutan nitrat dengan variasi waktu

Dari **Gambar IV.9.1** menunjukkan kemampuan gel yang digunakan secara terus – menerus hingga gel tidak mampu untuk mendesorb ion lagi atau nilai desorpsi sangat kecil. Reversibility 1 menunjukkan gel yang diadsorp selama 15 jam dalam larutan nitrat, selanjutnya disaring dan dikeringkan. Reversibility 2 menggunakan gel yang telah dikeringkan pada desorpsi pertama selanjutnya diadsorp lagi dalam larutan nitrat, kemudian disaring dan dikeringkan. Reversibility 3 menggunakan gel yang telah dikeringkan pada desorpsi kedua selanjutnya diadsorp lagi dalam larutan nitrat, kemudian disaring dan dikeringkan.

Jika dilihat pada 15 jam pertama dalam larutan Zn(NO₃)₂ hasil desorpsi meningkat secara signifikan selanjutnya mencapai nilai yang konstan dalam 3 kali pengulangan uji reversibility dimana didapatkan konsentrasi akhir sebesar 0,0018 mmol/g-dry gel. Hal ini menunjukkan 15 jam pada suhu 70 °C NIPAM akan mendesak interaksi ikatan antara Zn²⁺ dan NO₃⁻ dengan *charged-group* (N⁺ dan SO₃⁻) dalam kopolimer gel dan *thermal motion* juga melemahkan ikatan tersebut tetapi dengan dengan semakin

meningkatnya waktu maka ikatan kopolimer gel dalam mendesorpsi mencapai titik jenuh sehingga menjadi stabil karena tidak dapat mendesorpsi kembali. Begitupun kopolimer gel dalam larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$,meningkat secara signifikan pada 15 jam pertama selanjutnya turun secara perlahan. Dan didapatkan konsentrasi sebesar 0,0675 mmol/g-dry-gel.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB V KESIMPULAN

V.1 Kesimpulan

1. Waktu untuk mencapai equilibrium *swelling degree*, adsorpsi dan desorpsi diatas 12 jam.
2. Perbandingan pada N:D 9:1 dan 8:2 mempunyai nilai *swelling degree* yang semakin meningkat seiring turunnya suhu dan pada perbandingan N:D 7:3 mempunyai nilai *swelling degree* yang semakin meningkat seiring dengan naiknya suhu.
3. Konsentrasi NIPAM yang tinggi yaitu 9 dan 8 pada larutan nitrat menunjukkan *swelling degree* dan adsorpsi semakin turun dengan kenaikan suhu, tetapi pada konsentrasi monomer NIPAM yang rendah yaitu N:D = 7:3 *swelling degree* mengalami kenaikan signifikan pada larutan nitrat tetapi daya adsorpsi menurun.
4. Perbandingan pada N:D 8:2 dengan suhu 10 °C memiliki perubahan konsentrasi sebelum dan sesudah adsorpsi yang paling besar yaitu sebesar 8,23 mmol/L ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$) dan 9,78 mmol/L ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$).
5. Perbandingan pada N:D 9:1 dengan suhu 10 °C memiliki nilai % adsorpsi yang paling besar yaitu sebesar 22,16% (Zn^{2+}) dan 26,24% (Pb^{2+}).
6. Semakin tinggi suhu maka semakin sedikit ion Zn^{2+} dan Pb^{2+} yang teradsorpsi dan terdesorpsi
7. Ion Pb^{2+} pada larutan nitrat lebih mudah teradsorpsi dibandingkan Zn^{2+}
8. Konsentrasi ion pada *uji reversibility* dengan perbandingan N:D 8:2 dalam larutan ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$) sebesar

0,0018 mmol/g-dry gel dan larutan ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) sebesar 0,0675 mmol/g-dry gel

V.1 Saran

1. Melanjutkan penelitian desorpsi pada perbandingan konsentrasi NIPAM:DMAAPS = 9:1
2. Melakukan pengujian *reversibility* pada perbandingan konsentrasi NIPAM:DMAAPS = 9:1
3. Melakukan pengujian FTIR pada gel kering yang telah teradsorpsi dan terdesorpsi
4. Melakukan penelitian dengan jenis *thermosensitive* yang lain.

DAFTAR PUSTAKA

- Amaral dan Ratnasari. 2015. “Pengaruh perubahan suhu terhadap properti adsorpsi dan desorpsi *thermosensitive* NIPAM-co-DMAAPS gel”. ITS. Surabaya.
- Dewitasari dan Mulyadi. 2016. “Pengaruh perubahan konsentrasi monomer terhadap properti adsorpsi dan desorpsi *thermosensitive* NIPAM-co-DMAAPS gel”. ITS. Surabaya.
- Hirokawa Y dan Toyochi Tanaka. 1984. “*Volume phase transition in a nonionic gel*”. J.Chem.Phys.Vol 81, hal 71-73
- Kudaibergenov SE, Jaeger W, Laschewsky A. 2006. “*Polymeric betaines: synthesis, characterization, and application*”. Adv Polym Sci. Vol.201, hal 157–224.
- Lee WF, Tsai CC. 1994. “*Aqueous solution properties of poly (trimethyl acrylamido propyl ammonium iodide) [poly (TMAAI)]*”. J Appl Polym Sci. Vol.52, hal 1447–58.
- Liu J, Ma Y, Xu T, Shao G. 2010. “*Preparation of zwitterionic hybrid polymer and its application*
- Ning J, et al. 2013. “*Characteristics of zwitterionic sulfobetaine acrylamide polymer and the hydrogels prepared by free-radical polymerization and effects of physical and*

- chemical crosslink on UCST*". React funct polymer. Vol.73, hal 909-978.
- Ningrum EO, Murakami Y, Ohfuka Y, Gotoh T, Sakohara S. 2014. "*Investigation of ion adsorption properties of sulfobetaine gel and relationship with its swelling behavior*". Polymer. Vol.55, hal 5189–97.
- Neagu V, Vasiliu S, Racovita S. 2010. "*Adsorption studies of some inorganic and organic salts on new zwitterionic ion exchangers with carboxybetaine moieties*". Chem Eng J. Vol.162, hal 965–73.
- Qdais HA, Moussa H. 2004. "*Removal of heavy metal from wastewater by membrane processes: a comparative study*". Desalation Vol. 164, hal 105-110.
- Rubio J, Sauza ML, Smith RW. 2001. "*Overview of flotation as a wastewater treatment technique*". Minerals Engineering. Vol.15, hal 135-155.
- Salamone JC, Volksen W, Olson AP, Israel SC. 1978. "*Aqueous solution properties of a poly(vinyl imidazolium sulphobetaine)*". Polymer. Vol.19, hal 1157–62.'
- Takahashi A, Hamai K, Okada Y, Sakohara S. 2011. "*Thermosensitive properties of semi-IPN gel composed of amphiphilic gel and zwitterionc*".
- Tanaka T. 1981. "*Gels*". Scientific American. Vol.244, hal 124–138.

APPENDIKS A

PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN UJI

Larutan Uji yang digunakan untuk menguji *swelling degree*, adsorpsi, dan desorpsi adalah larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan konsentrasi larutan yaitu 10 mmol/L.

- Perhitungan Massa Larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ yang Dibutuhkan
Perhitungan jumlah massa yang dibutuhkan dalam pembuatan larutan uji menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$M = \frac{m}{\text{BM } \text{Zn}(\text{NO}_3)_2} \times \frac{1000}{V} \quad (\text{A1})$$

Keterangan :

M = Konsentrasi Larutan (mmol/L)
m = Massa $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ (gram)
BM = Berat Molekul $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$
V = Volume Larutan (L)

Sehingga,

$$m = \frac{M \times \text{BM } \text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \times V}{1000} \quad (\text{A2})$$

Konsentrasi 10 mmol/L

$$m \text{ (gram)} = \frac{10 \left(\frac{\text{mmol}}{\text{L}} \right) \times 261,44 \times 1 \text{ (L)}}{1000}$$

$$m = 2,614 \text{ gram}$$

Jadi, massa yang dibutuhkan untuk membuat larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dengan konsentrasi 10 mmol/L sebesar 2,614 gram

- Perhitungan Massa Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ yang Dibutuhkan
Perhitungan jumlah massa yang dibutuhkan dalam pembuatan larutan uji menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$M = \frac{m}{\text{BM } \text{Pb}(\text{NO}_3)_2} \times \frac{1000}{V}$$

Keterangan :

M = Konsentrasi Larutan (mmol/L)
m = Massa $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (gram)
BM = Berat Molekul $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
V = Volume Larutan (L)

Sehingga,

$$m = \frac{M \times \text{BM } \text{Pb}(\text{NO}_3)_2 \times V}{1000}$$

Konsentrasi 10 mmol/

$$m \text{ (gram)} = \frac{10 \left(\frac{\text{mmol}}{\text{L}} \right) \times 331,21 \times 1 \text{ (L)}}{1000} \quad (\text{A3})$$

$$m = 3,319 \text{ gram}$$

Jadi, massa yang dibutuhkan untuk membuat larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan konsentrasi 10 mmol/L sebesar 3,319 gram

Tabel A.1 Perhitungan Massa $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ yang Dibutuhkan dalam Pembuatan Larutan Uji $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

Jenis Larutan	Konsentrasi Larutan (mmol/L)	Massa yang dibutuhkan (gram)
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$	10	2,614
$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	10	3,319

Larutan yang telah dibuat kemudian di analisa menggunakan AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*) untuk mengetahui kadar larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ yang sebenarnya melalui perhitungan. Kadar larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ yang sebenarnya digunakan untuk mengetahui kadar adsorpsi dan desorpsi. Berikut ini merupakan data perhitungan konsentrasi larutan uji sebenarnya:

- Konsentrasi 10 mmol/L Larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$

$$z \left(\frac{\text{mmol}}{\text{L}} \right) = \left[\frac{\text{massa (gr)}}{\frac{\text{BM Zn}(\text{NO}_3)_2}{1000}} \right] \times 10^6 \quad (\text{A4})$$

Dimana: z = Konsentrasi Sebenarnya (mmol/L)

- Konsentrasi 10 mmol/L

$$z \left(\frac{\text{mmol}}{\text{L}} \right) = \left[\left[\frac{2,614 \text{ gram}}{\frac{261,44}{1000}} \right] \right] \times 10^6 \quad (\text{A5})$$

$$z \left(\frac{\text{mmol}}{\text{L}} \right) = 9,999 \text{ mmol/L}$$

- Konsentrasi 10 mmol/L Larutan Pb (NO₃)₂

$$z \left(\frac{\text{mmol}}{\text{L}} \right) = \left[\frac{\text{massa (gr)}}{\frac{\text{BM Pb(NO}_3)_2}{1000}} \right] \times 10^6$$

Dimana: z = Konsentrasi Sebenarnya (mmol/L

- Konsentrasi 10 mmol/L

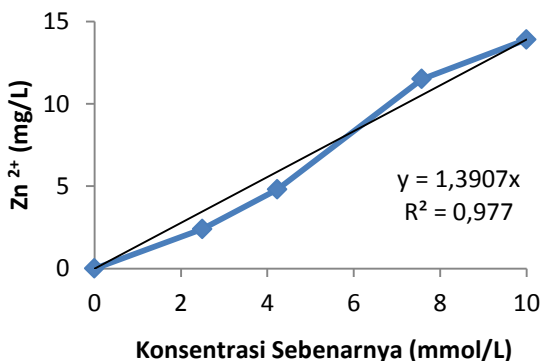
$$z \left(\frac{\text{mmol}}{\text{L}} \right) = \left[\left[\frac{3,319 \text{ gram}}{\frac{331,20}{1000}} \right] \right] \times 10^6$$

$$z \left(\frac{\text{mmol}}{\text{L}} \right) = 10,021 \text{ mmol/L}$$

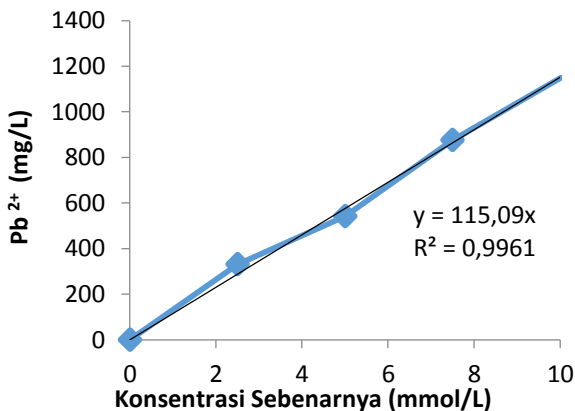
Tabel A.2 Hasil analisa AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*) pada larutan uji $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

Konsentrasi Larutan (mmol/L)	Hasil Analisa, Zn^{2+} (mg/L)	Hasil Analisa, Pb^{2+} (mg/L)
0	0	0
2,5	2,4	331
5	4,8	542
7,5	11,5	876
10	13,9	1150

Untuk mendapatkan konsentrasi kalibrasi sebenarnya dari $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ maka **Tabel A.2** dibuat grafik antara konsentrasi larutan sebelum kalibrasi dengan hasil analisa AAS. Sehingga didapatkan grafik sebagai berikut:



Gambar A.1 Grafik kalibrasi standart larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$



Gambar A.2 Grafik kalibrasi standart larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

Dari **Gambar A.1** diatas mendapatkan persamaan linear sebagai berikut:

$$y = 1,3907 x \dots\dots\dots(\text{A6})$$

Dimana:

x = Konsentrasi kalibrasi larutan sebenarnya
(mmol/L)

y = Hasil analisa, Zn^{2+} (mg/L)

Untuk mendapatkan jumlah konsentrasi kalibrasi larutan sebenarnya (x) persamaan (A6) menjadi:

$$x = \frac{y}{1,3907} \dots\dots\dots (\text{A7})$$

- Konsentrasi 10 mmol/L (Hasil Analisa AAS = 13,9 mg/L Zn²⁺)

$$x = \frac{13,9}{1,3907} \dots\dots\dots (A8)$$

$$x = 9,995 \text{ mmol/L}$$

Dari **Gambar A.2** diatas mendapatkan persamaan linear sebagai berikut:

$$y = 115,09 x$$

Dimana:

x = Konsentrasi kalibrasi larutan sebenarnya
(mmol/L)

y = Hasil analisa, Pb²⁺ (mg/L)

Untuk mendapatkan jumlah konsentrasi kalibrasi larutan sebenarnya (x) persamaan (A8) menjadi:

$$x = \frac{y}{115,09} \dots\dots\dots (A9)$$

- Konsentrasi 10 mmol/L (Hasil Analisa AAS = 13,9 mg/L Pb²⁺)

$$x = \frac{1150}{115,09}$$

$$x = 9,992 \text{ mmol/L}$$

- Untuk perhitungan konsentrasi kalibrasi larutan sebenarnya pada hasil analisa AAS mg/L dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel A.3 Perhitungan konsentrasi kalibrasi larutan

$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ sebenarnya

Konsentrasi Larutan (mmol/L)	Hasil Analisa AAS, Zn^{2+} (mg/L)	Konsentrasi Kalibrasi Larutan Sebenarnya (mmol/L)
2,5	2,4	1,726
5	4,8	3,451
7,5	11,5	8,269
10	13,9	9,995

Tabel A.4 Perhitungan konsentrasi kalibrasi larutan

$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ sebenarnya

Konsentrasi Larutan (mmol/L)	Hasil Analisa AAS, Pb^{2+} (mg/L)	Konsentrasi Kalibrasi Larutan Sebenarnya (mmol/L)
2,5	331	2,876
5	542	4,709
7,5	876	7,611
10	1150	9,992

APPENDIKS B

PERHITUNGAN SWELLING DEGREE, ADSORPSI DAN DESORPSI

➤ Diameter Equilibrium Swelling Degree NIPAM-co-DMAAPS

Perhitungan data equilibrium *Swelling Degree* kopolimer gel menggunakan larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan konsentrasi 10 mmol/L dan berbagai konsentrasi monomer NIPAM : DMAAPS yaitu 9:1, 8:2, dan 7:3 pada suhu 10 °C, 30 °C, 50 °C dan 70 °C. Gel kemudian diukur diameternya setiap 3 jam hingga mencapai equilibrium. Berikut beberapa tabel diameter swelling gel

**Tabel B.1 Diameter Swelling Degree $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$
Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 9:1 Pada Suhu 10 °C,
30 °C, 50 °C dan 70 °C**

Waktu (jam)	Diameter Swelling Gel (cm) $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$			
	10 °C	30 °C	50 °C	70 °C
0	0,30	0,30	0,30	0,30
3	0,50	0,40	0,40	0,32
6	0,52	0,48	0,45	0,38
9	0,55	0,50	0,45	0,40
12	0,55	0,50	0,45	0,40
15	0,55	0,50	0,45	0,40

**Tabel B.2 Diameter Swelling Degree $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 9:1 Pada Suhu 10 °C,
30 °C, 50 °C dan 70 °C**

Waktu (jam)	Diameter Swelling Gel (cm) $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$			
	10 °C	30 °C	50 °C	70 °C
0	0,30	0,30	0,30	0,30
3	0,48	0,45	0,38	0,32
6	0,50	0,50	0,46	0,38
9	0,52	0,50	0,46	0,40
12	0,52	0,50	0,46	0,40
15	0,52	0,50	0,46	0,40

**Tabel B.3 Diameter Swelling Degree $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$
Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2 Pada Suhu 10 °C,
30 °C, 50 °C dan 70 °C**

Waktu (jam)	Diameter Swelling Gel (cm) $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$			
	10 °C	30 °C	50 °C	70 °C
0	0,30	0,30	0,30	0,30
3	0,52	0,50	0,48	0,43
6	0,55	0,54	0,50	0,45
9	0,60	0,58	0,53	0,45
12	0,60	0,58	0,53	0,50
15	0,60	0,58	0,53	0,50

**Tabel B.4 Diameter Swelling Degree $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2 Pada Suhu 10 °C,
30 °C, 50 °C dan 70 °C**

Waktu (jam)	Diameter Swelling Gel (cm) $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$			
	10 °C	30 °C	50 °C	70 °C
0	0,30	0,30	0,30	0,30
3	0,45	0,48	0,45	0,38
6	0,48	0,50	0,48	0,40
9	0,54	0,52	0,48	0,42
12	0,54	0,53	0,48	0,47
15	0,54	0,53	0,48	0,47

**Tabel B.5 Diameter Swelling Degree $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$
Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 7:3 Pada Suhu 10 °C,
30 °C, 50 °C dan 70 °C**

Waktu (jam)	Diameter Swelling Gel (cm) $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$			
	10 °C	30 °C	50 °C	70 °C
0	0,30	0,30	0,30	0,30
3	0,40	0,42	0,42	0,50
6	0,40	0,42	0,45	0,52
9	0,42	0,42	0,45	0,56
12	0,42	0,42	0,45	0,56
15	0,42	0,42	0,45	0,56

**Tabel B.6 Diameter Swelling Degree Pb(NO₃)₂
Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 7:3 Pada Suhu 10 °C,
30 °C, 50 °C dan 70 °C**

Waktu (jam)	Diameter Swelling Gel (cm) Pb(NO ₃) ₂			
	10 °C	30 °C	50 °C	70 °C
0	0,30	0,30	0,30	0,30
3	0,40	0,38	0,45	0,50
6	0,40	0,42	0,49	0,50
9	0,40	0,42	0,49	0,54
12	0,42	0,42	0,49	0,55
15	0,42	0,42	0,49	0,55

➤ **Perhitungan *Swelling Degree* NIPAM-co-DMAAPS**

Nilai swelling degree dari kopolimer gel dihitung menggunakan diameter swell dari kopolimer gel dengan menggunakan persamaan berikut :

$$Swelling\ Degree = \frac{d_{swell}^3}{d_{dry}^3} \dots\dots\dots(B1)$$

d_{swell} = Diameter gel equilibrium swelling (cm)

d_{dry} = Diameter gel kering (cm)

**Tabel B.7 Perhitungan Swelling Degree $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$
Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 9:1 Pada Suhu 10 °C,
30 °C, 50 °C dan 70 °C**

Waktu (jam)	Swelling Degree Gel $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$			
	10 °C	30 °C	50 °C	70 °C
0	1,00	1,00	1,00	1,00
3	4,63	2,37	2,37	1,21
6	5,21	4,10	3,38	2,03
9	6,16	4,63	3,38	2,37
12	6,16	4,63	3,38	2,37
15	6,16	4,63	3,38	2,37

**Tabel B.8 Perhitungan Swelling Degree $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 9:1 Pada Suhu 10 °C,
30 °C, 50 °C dan 70 °C**

Waktu (jam)	Swelling Degree Gel $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$			
	10 °C	30 °C	50 °C	70 °C
0	1,00	1,00	1,00	1,00
3	4,10	3,38	2,03	1,21
6	4,63	4,63	3,61	2,03
9	5,21	4,63	3,61	2,37
12	5,21	4,63	3,61	2,37
15	5,21	4,63	3,61	2,37

**Tabel B.9 Perhitungan Swelling Degree $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$
Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2 Pada Suhu 10 °C,
30 °C, 50 °C dan 70 °C**

Waktu (jam)	Swelling Degree Gel $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$			
	10 °C	30 °C	50 °C	70 °C
0	1,00	1,00	1,00	1,00
3	5,21	4,63	4,10	2,94
6	6,16	5,83	4,63	3,38
9	8,00	7,23	5,51	3,38
12	8,00	7,23	5,51	4,63
15	8,00	7,23	5,51	4,63

**Tabel B.10 Perhitungan Swelling Degree $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2 Pada Suhu 10 °C,
30 °C, 50 °C dan 70 °C**

Waktu (jam)	Swelling Degree Gel $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$			
	10 °C	30 °C	50 °C	70 °C
0	1,00	1,00	1,00	1,00
3	3,38	4,10	3,38	2,03
6	4,10	4,63	4,10	2,37
9	5,83	5,21	4,10	2,74
12	5,83	5,51	4,10	3,85
15	5,83	5,51	4,10	3,85

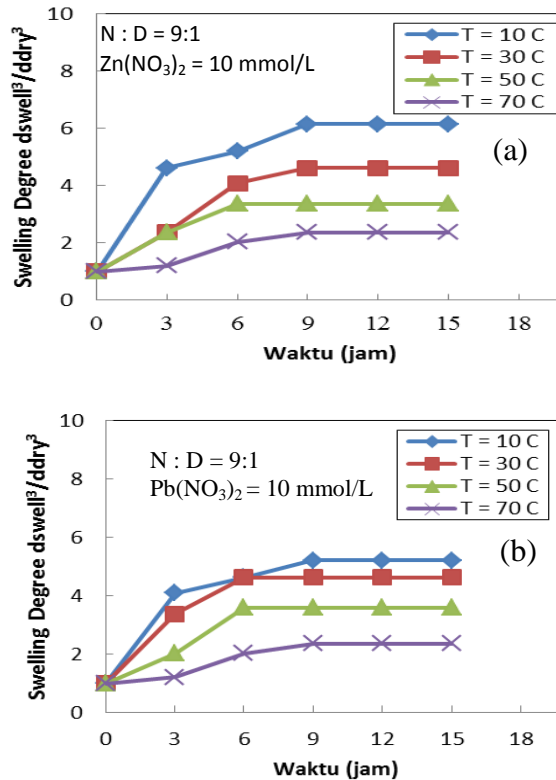
**Tabel B.11 Perhitungan Swelling Degree $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$
Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 7:3 Pada Suhu 10 °C,
30 °C, 50 °C dan 70 °C**

Waktu (jam)	Swelling Degree Gel $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$			
	10 °C	30 °C	50 °C	70 °C
0	1,00	1,00	1,00	1,00
3	2,37	2,74	2,74	4,63
6	2,37	2,74	3,38	5,21
9	2,74	2,74	3,38	6,50
12	2,74	2,74	3,38	6,50
15	2,74	2,74	3,38	6,50

**Tabel B.12 Perhitungan Swelling Degree $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 7:3 Pada Suhu 10 °C,
30 °C, 50 °C dan 70 °C**

Waktu (jam)	Swelling Degree Gel $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$			
	10 °C	30 °C	50 °C	70 °C
0	1,00	1,00	1,00	1,00
3	2,37	2,03	3,38	4,63
6	2,37	2,74	4,36	4,63
9	2,37	2,74	4,36	5,83
12	2,74	2,74	4,36	6,16
15	2,74	2,74	4,36	6,16

Dari Tabel B.7 dan B.8 dapat dibuat grafik equilibrium antara waktu dan swelling degree yaitu sebagai berikut



Gambar B.1.(a) Pengaruh waktu terhadap *swelling degree* dari NIPAM-co-DMAAPS gel pada perbandingan $N:D = 9:1$ dalam larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dengan berbagai suhu **(b)** dalam larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan berbagai suhu

Dari grafik diatas bahwa pada 9 hingga 15 jam terjadi equilibrium *swelling degree*. Sehingga dapat digunakan sebagai acuan waktu eksperimen selanjutnya yaitu pada waktu 15 jam.

Tabel B.13 Perhitungan *Swelling Degree* $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 9:1 Pada Suhu 10 °C, 30 °C, 50 °C dan 70 °C

T (°C)	Zn	Pb
10	6,16	5,21
30	4,63	4,63
50	3,38	3,61
70	2,37	2,37

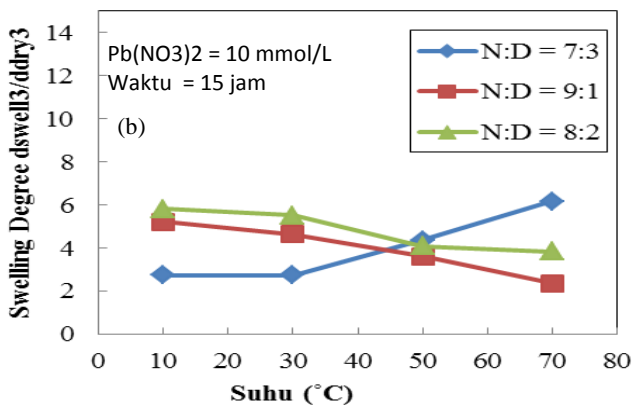
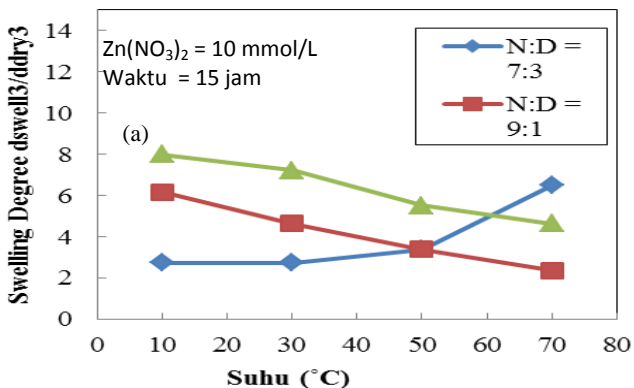
Tabel B.14 Perhitungan *Swelling Degree* $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2 Pada Suhu 10 °C, 30 °C, 50 °C dan 70 °C

T (°C)	Zn	Pb
10	8,00	5,83
30	7,23	5,51
50	5,51	4,10
70	4,63	3,85

Tabel B.15 Perhitungan *Swelling Degree* $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 7:3 Pada Suhu 10 °C, 30 °C, 50 °C dan 70 °C

T (°C)	Zn	Pb
10	2,74	2,74
30	2,74	2,74
50	3,38	4,36
70	6,50	6,16

Dari tabel diatas didapatkan grafik berbagai suhu terhadap swelling degree sebagai berikut :



Gambar B.2 (a) Pengaruh suhu terhadap *swelling degree* NIPAM-co-DMAAPS gel dengan berbagai konsentrasi monomer NIPAM dan DMAAPS dalam 10 mmol/L pada waktu 15 jam dalam larutan $Zn(NO_3)_2$ (b) $Pb(NO_3)_2$

➤ **Perhitungan Equilibrium Adsorpsi dan Desorpsi
NIPAM-co-DMAAPS**

Perhitungan dari equilibrium adsorpsi dilakukan dengan menggunakan larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dengan konsentrasi 10 mmol/L dengan suhu 70 °C menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$Q = \frac{(\text{Co} - \text{C}) V}{m} \dots\dots\dots(\text{B2})$$

Dimana:

Q = Jumlah Kation yang teradsorpsi

C_o = Konsentrasi Kalibrasi Sebenarnya (mmol/L)

C = Konsentrasi Akhir (mmol/L)

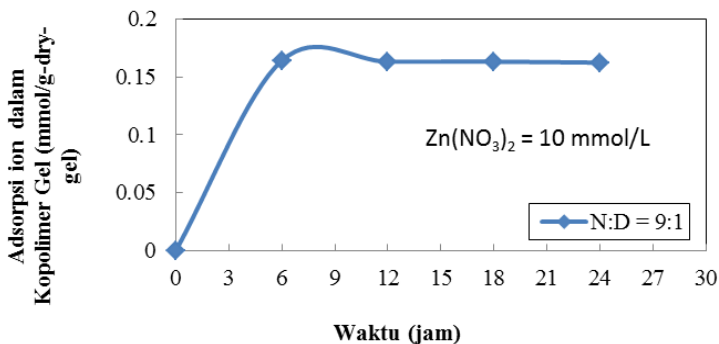
m = massa (gram)

Dari persamaan diatas didapatkan perhitungan jumlah ion yang teradsorpsi terlihat pada tabel berikut:

Tabel B.16 Perhitungan Equilibrium Adsorpsi Pada Berbagai Waktu

t (jam)	Hasil analisa AAS (mg/l)	Co (mmol/L)	C (mmol/L)	V (L)	m (g)	Q
0	0	0	0	0	0	0
6	2,49	9,995	1,790	0,02	1,0005	0.164
12	2,50	9,995	1,798	0,02	1,0053	0.163
18	2,55	9,995	1,834	0,02	1,0009	0,163
24	2,61	9,995	1,877	0,02	1,0006	0,162

Dari tabel diatas didapatkan grafik equilibrium adsorpsi sebagai berikut



Gambar B.3 Pengaruh waktu terhadap adsorpsi kopolimer gel dengan variasi waktu 6, 12, 18, dan 24 jam pada N:D = 9:1 dalam larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 = 10 \text{ mmol/L}$

Dari grafik diatas terlihat bahwa pada waktu 6 jam sampai 24 jam jumlah kation yang diadsorpsi oleh kopolimer gel mengalami equilibrium. Sehingga, data equilibrium kopolimer gel untuk eksperimen diambil pada waktu 15 jam.

➤ **Perhitungan Adsorpsi NIPAM-co-DMAAPS**

Berikut ini merupakan tabel data perhitungan adsorpsi berupa suhu pada berbagai konsentrasi.

**Tabel B.17 Perhitungan Jumlah ion yang Teradsorpsi
Zn(NO₃)₂ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai
suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 9:1**

T	y	Co	C	V	m	Q
(°C)	(mg/L)	(mmol/L)	(mmol/L)	(L)	(gr)	
10	2,55	9,995	1,834	0,02	1,0009	0,1631
30	2,59	9,995	1,862	0,02	1,0005	0,1626
50	2,64	9,995	1,898	0,02	1,0073	0,1608
70	2,95	9,995	2,121	0,02	1,0021	0,1571

**Tabel B.18 Perhitungan Jumlah ion yang Teradsorpsi
Pb(NO₃)₂ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai
suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 9:1**

T	y	Co	C	V	m	Q
(°C)	(mg/L)	(mmol/L)	(mmol/L)	(L)	(gr)	
10	34,81	9,992	0,302	0,02	1,0038	0,1931
30	38,37	9,992	0,333	0,02	1,0025	0,1927
50	39,72	9,992	0,345	0,02	1,0068	0,1916
70	44,54	9,992	0,387	0,02	1,0045	0,1912

**Tabel B.19 Perhitungan Jumlah ion yang Teradsorpsi
Zn(NO₃)₂ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai
suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2**

T	Y	Co	C	V	m	Q
(°C)	(mg/L)	(mmol/L)	(mmol/L)	(L)	(gr)	
10	2,45	9,995	1,762	0,02	1,0034	0,1641
30	2,49	9,995	1,790	0,02	1,0053	0,1632
50	2,6	9,995	1,870	0,02	1,0076	0,1613
70	2,9	9,995	2,085	0,02	1,0063	0,1572

**Tabel B.20 Perhitungan Jumlah ion yang Teradsorpsi
Pb(NO₃)₂ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai
suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2**

T	y	Co	C	V	m	Q
(°C)	(mg/L)	(mmol/L)	(mmol/L)	(L)	(gr)	
10	24,32	9,992	0,211	0,02	1,0072	0,1942
30	30,86	9,992	0,268	0,02	1,0050	0,1935
50	35,27	9,992	0,306	0,02	1,0078	0,1922
70	38,1	9,992	0,331	0,02	1,0090	0,1915

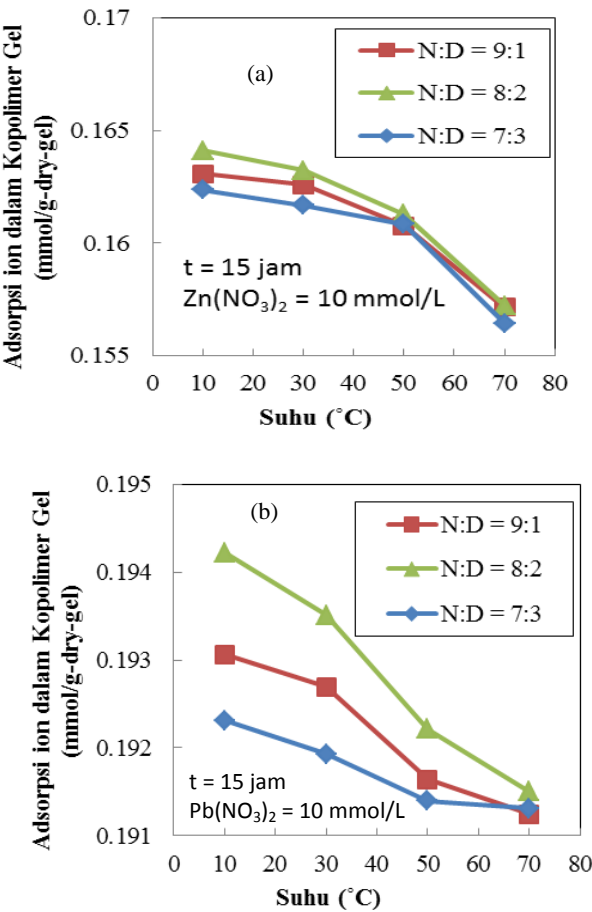
**Tabel B.21 Perhitungan Jumlah ion yang Teradsorpsi
Zn(NO₃)₂ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai
suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 7:3**

T	Y	Co	C	V	m	Q
(°C)	(mg/L)	(mmol/L)	(mmol/L)	(L)	(gr)	
10	2,5	9,995	1,798	0,02	1,0098	0,1624
30	2,57	9,995	1,848	0,02	1,0078	0,1617
50	2,62	9,995	1,884	0,02	1,0087	0,1608
70	2,92	9,995	2,100	0,02	1,0095	0,1564

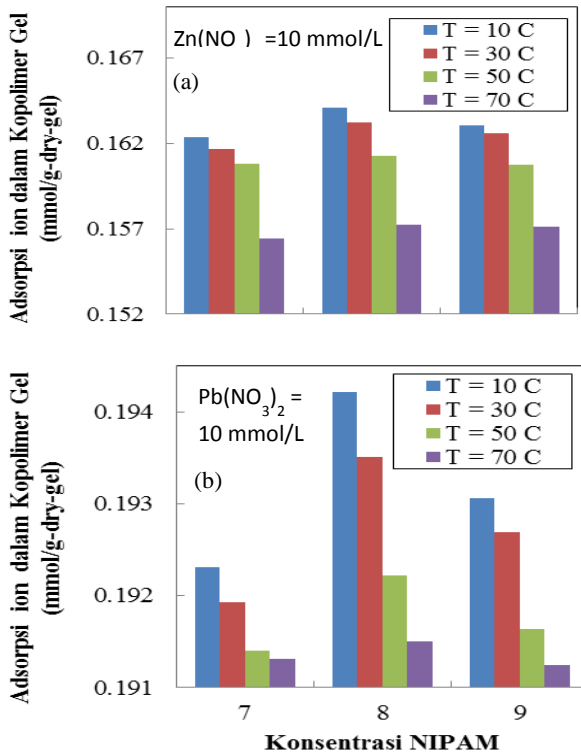
**Tabel B.22 Perhitungan Jumlah ion yang Teradsorpsi
Pb(NO₃)₂ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai
suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 7:3**

T	y	Co	C	V	m	Q
(°C)	(mg/L)	(mmol/L)	(mmol/L)	(L)	(gr)	
10	33,15	9,992	0,288	0,02	1,0092	0,1923
30	35,27	9,992	0,306	0,02	1,0093	0,1919
50	38,91	9,992	0,338	0,02	1,0088	0,1914
70	40,42	9,992	0,351	0,02	1,0079	0,1913

Dari tabel tabel diatas didapatkan grafik suhu terhadap jumlah ion yang teradsorpsi dan konsentrasi NIPAM-*co*-DMAAPS terhadap jumlah ion yang teradsorpsi sebagai berikut



Gambar B.4.(a) Pengaruh suhu terhadap Adsorpsi ion dalam NIPAM-*co*-DMAAPS gel pada larutan $Zn(NO_3)_2 = 10 \text{ mmol/L}$ **(b)** $Pb(NO_3)_2$



Gambar B.5.(a) Pengaruh konsentrasi NIPAM terhadap jumlah ion yang teradsorpsi dari NIPAM-co-DMAAPS gel dalam larutan Zn(NO₃)₂ = 10 mmol/L **(b)** Pb(NO₃)₂ = 10 mmol/L

➤ Perhitungan Desorpsi NIPAM-co-DMAAPS

Perhitungan Desorpsi NIPAM-co-DMAAPS menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$Q_d = \frac{C \cdot V}{m} \dots\dots\dots(B3)$$

Dimana:

Q_d = Jumlah kation yang terdesorpsi

C = Konsentrasi akhir (mmol/L)

V = Volume (L)
m = massa (gram)

Berikut ini merupakan tabel data perhitungan adsorpsi berupa suhu pada berbagai konsentrasi.

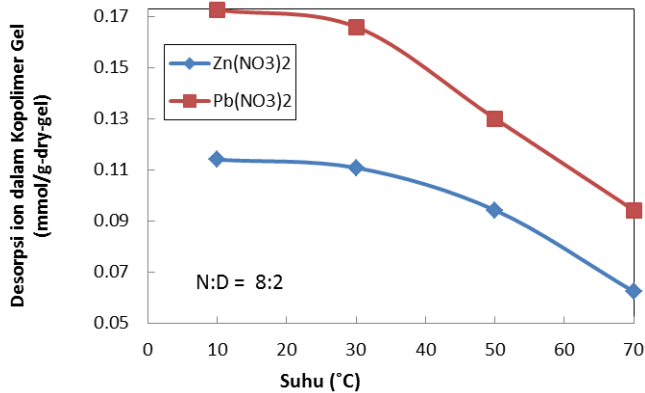
Tabel B.23 Perhitungan Jumlah ion yang Terdesorpsi $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2

T	Y	Co	C	V	m	Q
(°C)	(mg/L)	(mmol/L)	(mmol/L)	(L)	(gr)	
10	4,93	10,000	15,701	0,010	0,5098	0,1140
30	4,88	10,000	15,541	0,010	0,5084	0,1108
50	4,62	10,000	14,713	0,010	0,5009	0,0943
70	4,12	10,000	13,121	0,010	0,5063	0,0624

Tabel B.24 Perhitungan Jumlah ion yang Terdesorpsi $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2

T	Y	Co	C	V	m	Q
(°C)	(mg/L)	(mmol/L)	(mmol/L)	(L)	(gr)	
10	98,37	10,000	18,626	0,017	0,8525	0,1725
30	96,62	10,000	18,294	0,010	0,5076	0,1659
50	87,16	10,000	16,503	0,010	0,5053	0,1301
70	77,7	10,000	14,712	0,010	0,5063	0,0943

Dari tabel-tabel tersebut didapat grafik suhu dengan jumlah ion yang terdesorpsi



Gambar B.5. Pengaruh suhu terhadap Desorpsi ion Zn^{2+} dan Pb^{2+} dalam NIPAM-co- DMAAPS Gel.

➤ **Perhitungan Persen (%) Perubahan konsentrasi sebelum dan sesudah adsorpsi**

Perhitungan persen (%) Perubahan konsentrasi sebelum dan sesudah adsorpsi :

$$(\text{Co}-\text{C}) \dots\dots\dots (\text{B4})$$

Ket: Co = Konsentrasi sebelum adsorpsi
C = Konsentrasi sesudah adsorpsi

Tabel B.25 Perhitungan Persen (%) Perubahan konsentrasi Sebelum dan Sesudah Adsorpsi dalam Larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 9:1

T	Co	C	Adsorpsi
(°C)	(mmol/L)	(mmol/L)	(mmol/L)
10	9,995	1,834	8,161
30	9,995	1,862	8,133
50	9,995	1,898	8,097
70	9,995	2,121	7,874

Tabel B.26 Perhitungan Persen (%) Perubahan konsentrasi Sebelum dan Sesudah Adsorpsi dalam Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 9:1

T	Co	C	Adsorpsi
(°C)	(mmol/L)	(mmol/L)	(mmol/L)
10	9,992	0,302	9,690
30	9,992	0,333	9,659
50	9,992	0,345	9,647
70	9,992	0,387	9,605

Tabel B.27 Perhitungan Persen (%) Perubahan konsentrasi Sebelum dan Sesudah Adsorpsi dalam Larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2

T	Co	C	Adsorpsi
(°C)	(mmol/L)	(mmol/L)	(mmol/L)
10	9,995	1,762	8,233
30	9,995	1,790	8,205
50	9,995	1,870	8,125
70	9,995	2,085	7,910

Tabel B.28 Perhitungan Persen (%) Perubahan konsentrasi Sebelum dan Sesudah Adsorpsi dalam Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2

T	Co	C	Adsorpsi
(°C)	(mmol/L)	(mmol/L)	(mmol/L)
10	9,992	0,211	9,781
30	9,992	0,268	9,724
50	9,992	0,306	9,686
70	9,992	0,331	9,661

Tabel B.29 Perhitungan Persen (%) Perubahan konsentrasi Sebelum dan Sesudah Adsorpsi dalam Larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 7:3

T	Co	C	Adsorpsi
(°C)	(mmol/L)	(mmol/L)	(mmol/L)
10	9,995	1,798	8,197
30	9,995	1,848	8,147
50	9,995	1,884	8,111
70	9,995	2,100	7,895

Tabel B.30 Perhitungan Persen (%) Perubahan konsentrasi Sebelum dan Sesudah Adsorpsi dalam Larutan Pb(NO₃)₂ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 7:3

T	Co	C	Adsorpsi
(°C)	(mmol/L)	(mmol/L)	(mmol/L)
10	9,992	0,288	9,704
30	9,992	0,306	9,686
50	9,992	0,338	9,654
70	9,992	0,351	9,641

➤ **Perhitungan Persen (%) Adsorpsi**

Perhitungan persen (%) adsorpsi adalah kemampuan gel dalam menyerap ion yang dibandingkan dengan maksimum kapasitas dari *charge-grup* yang tersedia dalam gel.

$$\frac{Q}{C_d} \times 100\% \dots\dots\dots(B5)$$

Ket: Q = Jumlah ion yang teradsorpsi (mmol/g-dry gel)

C_d= mol DMAAPS (mmol/L)

Tabel B.31 Perhitungan Persen (%) Adsorpsi dalam Larutan Zn(NO₃)₂ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 9:1

T	DMAAPS	Q	% Adsorpsi
(°C)	(mmol/L)	(mmo/g-dry-gel)	mmol/g gel
10	0,7358	0,1631	22,162
30	0,7358	0,1626	22,093
50	0,7358	0,1608	21,846
70	0,7358	0,1571	21,355

Tabel B.32 Perhitungan Persen (%) Adsorpsi dalam Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 9:1

T (°C)	DMAAPS (mmol/L)	Q (mmo/g-dry-gel)	% Adsorpsi mmol/g gel
10	0,7358	0,1931	26,236
30	0,7358	0,1927	26,186
50	0,7358	0,1916	26,043
70	0,7358	0,1912	25,989

Tabel B.33 Perhitungan Persen (%) Adsorpsi dalam Larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2

T (°C)	DMAAPS (mmol/L)	Q (mmo/g-dry-gel)	% Adsorpsi mmol/g gel
10	1,3124	0,1641	12,504
30	1,3124	0,1632	12,437
50	1,3124	0,1613	12,289
70	1,3124	0,1572	11,978

Tabel B.34 Perhitungan Persen (%) Adsorpsi dalam Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2

T (°C)	DMAAPS (mmol/L)	Q (mmo/g-dry-gel)	% Adsorpsi mmol/g gel
10	1,3124	0,1942	14,798
30	1,3124	0,1935	14,744
50	1,3124	0,1922	14,646
70	1,3124	0,1915	14,591

Tabel B.35 Perhitungan Persen (%) Adsorpsi dalam Larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 7:3

T (°C)	DMAAPS (mmol/L)	Q (mmo/g-dry-gel)	% Adsorpsi mmol/g gel
10	1,7764	0,1624	9,139
30	1,7764	0,1617	9,101
50	1,7764	0,1608	9,053
70	1,7764	0,1564	8,805

Tabel B.36 Perhitungan Persen (%) Adsorpsi dalam Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 7:3

T (°C)	DMAAPS (mmol/L)	Q (mmo/g-dry-gel)	% Adsorpsi mmol/g gel
10	1,7764	0,1923	10,826
30	1,7764	0,1919	10,804
50	1,7764	0,1914	10,774
70	1,7764	0,1913	10,769

- **Perhitungan Persen Perhitungan Persen (%) Perubahan konsentrasi sebelum dan sesudah desorpsi**

$$C - C_o \dots\dots\dots(B6)$$

Ket: C_o = Konsentrasi sebelum desorpsi

C = Konsentrasi sesudah desorpsi

Tabel B.37 Perhitungan Persen (%) Perubahan konsentrasi Sebelum dan Sesudah Adsorpsi dalam Larutan Zn(NO₃)₂ terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2

T	Co	C	Desorpsi
(°C)	(mmol/L)	(mmol/L)	(mmol/L)
10	10,000	15,701	5,700
30	10,000	15,541	5,541
50	10,000	14,713	4,713
70	10,000	13,121	3,121

Tabel B.38 Perhitungan Persen (%) Perubahan konsentrasi Sebelum dan Sesudah Adsorpsi dalam Larutan Pb(NO₃)₂ terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2

T	Co	C	mmol/L
(°C)	(mmol/L)	(mmol/L)	Des
10	10,000	18,626	8,626
30	10,000	18,294	8,295
50	10,000	16,503	6,504
70	10,000	14,712	4,713

➤ **Perhitungan Persen (%) Desorpsi**

Perhitungan persen (%) desorpsi adalah kemampuan gel dalam melepas ion yang dibandingkan dengan maksimum kapasitas dari *charge-grup* yang tersedia dalam gel.

$$\frac{Q}{C_d} \times 100\% \dots\dots\dots(B7)$$

Ket: Q = Jumlah ion yang terdesorpsi (mmol/g-dry gel)
C_d= mol DMAAPS (mmol/L)

Tabel B.39 Perhitungan Persen (%) Desorpsi dalam Larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2

T	DMAAPS	C	% Desorpsi
(°C)	(mmol/L)	(mg/L)	mmol/g gel
10	0,0960	0,0008	0,833
30	1,3124	0,1108	8,444
50	1,3124	0,0943	7,182
70	1,3124	0,0624	4,756

Tabel B.40 Perhitungan Persen (%) Desorpsi dalam Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2

T	DMAAPS	C	% Adsorpsi
(°C)	(mmol/L)	(mg/L)	mmol/g gel
10	1,3124	0,1725	13,146
30	1,3124	0,1659	12,641
50	1,3124	0,1301	9,911
70	1,3124	0,0943	7,182

➤ **Perhitungan Reversibility**

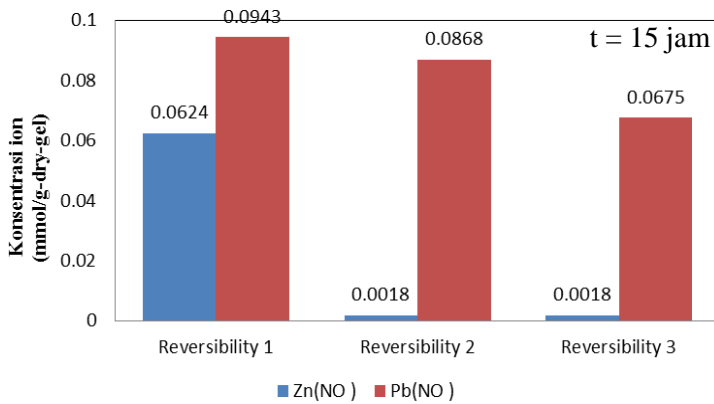
Tabel B.41 Perhitungan Persen (%) Desorpsi dalam Larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2

t	y	Co	C	V	m	Q
Jam	(mg/L)	(mmol/L)	(mmol/L)	(L)	(gr)	
15	4.12	10.000	13.121	0.010	0.5063	0.0624
30	3.169	10.000	10.092	0.014	0.6891	0.0018
45	3.169	10.000	10.092	0.010	0.5063	0.0018

Tabel B.42 Perhitungan Persen (%) Desorpsi dalam Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pada konsentrasi 10 mmol/L terhadap berbagai suhu dengan Konsentrasi NIPAM : DMAAPS = 8:2

t	y	Co	C	V	m	Q
jam	(mg/L)	(mmol/L)	(mmol/L)	(L)	(gr)	
15	77,7	10,000	14,712	0,010	0,5063	0,0943
30	75,72	10,000	14,337	0,013	0,6428	0,0868
45	70,63	10,000	13,373	0,010	0,5063	0,0675

Dari tabel-tabel tersebut didapat grafik reversibility terhadap konsentrasi ion



Gambar B.6. Pengaruh Konsentrasi ion pada uji reversibility dalam NIPAM-co- DMAAPS Gel.

BIODATA PENULIS

PENULIS 1



RENNA FEBRYANITA, lahir pada 15 Pebruari 1993 di Bunyu - Kalimantan Timur. Menempuh pendidikan formal di SD Patra Dharma 1 Balikpapan – Kalimantan Timur, SMPN 3 Balikpapan - Kalimantan Timur, dan SMAN 1 Balikpapan - Kalimantan Timur, D3 Teknik Kimia Politeknik Negeri Samarinda – Kalimantan Timur. Selanjutnya penulis mengikuti Seleksi Ujian Masuk Lintas Jalur S - 1 Teknik Kimia, Fakultas

Teknologi Industri, ITS dan diterima di Teknik Kimia FTI-ITS pada tahun 2015 dan terdaftar dengan NRP.2314 106 005.

Semasa di kampus perjuangan ITS, Penulis melakukan penelitian di Laboratorium Teknologi Material. Melalui bimbingan Ibu Dr. Eva Oktavia Ningrum, ST., MS. Dan Ibu Hikmatun Ni'mah, ST., MS., Ph.D penulis bisa menyelesaikan skripsi dengan judul **“Pemanfaatan *Thermosensitive* NIPAM-co-DMAAPS Gel Sebagai Alternatif *Reversible* Adsorben Ion Logam Berat”**.

Contact Person

Email : rennafebry.rf@gmail.com

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS

PENULIS 2



MUHAMMAD SA'I FIRDAUS

lahir pada 28 Juni 1993 di Samarinda-Kalimantan Timur. Menempuh pendidikan formal di SDN 006 Samarinda – Kalimantan Timur, SMPN 1 Samarinda - Kalimantan Timur, dan SMAN 5 Samarinda - Kalimantan Timur, D3 Teknik Kimia Politeknik Negeri Samarinda – Kalimantan Timur. Selanjutnya penulis mengikuti Seleksi Ujian Masuk Lintas Jalur S - 1 Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, ITS

dan diterima di Teknik Kimia FTI-ITS pada tahun 2015 dan terdaftar dengan NRP.2314 106 007.

Semasa di kampus perjuangan ITS, Penulis melakukan penelitian di Laboratorium Teknologi Material. Melalui bimbingan Ibu Dr. Eva Oktavia Ningrum, ST., MS. Dan Ibu Hikmatun Ni'mah, ST., MS., Ph.D penulis bisa menyelesaikan skripsi dengan judul **“Pemanfaatan *Thermosensitive* NIPAM-co-DMAAPS Gel Sebagai Alternatif *Reversible* Adsorben Ion Logam Berat”**.

Contact Person

Email : *msaifirdaus@gmail.com*

“Halaman ini sengaja dikosongkan”